Röntgenographische Untersuchungen von Stapelfehlern in kubisch flächenzentrierten Metallen infolge einer Kaltverformung bei tiefen Temperaturen.

INAUGURAL-DISSERTATION

zur
Erlangung des Doktorgrades
der
Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Universität des Saarlandes
zu Saarbrücken

vorgelegt von
Dipl. Ing. Christian Wagner
aus Dudweiler (Saar)

- 1957 -

Röntgenographische Untersuchungen von Stapelfehlern in kubisch flächenzentrierten Metallen infolge einer Kaltverformung bei tiefen Temperaturen.

INAUGURAL-DISSERTATION

zur
Erlangung des Doktorgrades
der
Naturwissenschaftlichen Fakultät
der
Universität des Saarlandes
zu Saarbrücken

R. UNIV. BIBLIOTHEEK LEIDEN

vorgelegt von
Dipl. Ing. Christian Wagner
aus Dudweiler (Saar)

- 1957 -

Referent:	Professor Dr. H.J. Seemann
Korreferenten:	Professor Dr. A.W. Maue
	Professor Dr. F. Rost

Tag der mündlichen Prüfung: 16. 5. 1957

Die vorliegende Arbeit wurde in der Röntgenabteilung des physikalischen Instituts des "Massachusetts Institute of Technology" in Cambridge, Massachusetts, USA ausgeführt. Besonderen Dank schulde ich Herrn Professor B.E. Warren, D.Sc. für die Anregung zu dieser Arbeit, für sein freundliches Entgegenkommen und für seine wertvollen Diskussionen während der Durchführung der Versuche.

Herr Professor Dr. phil. habil. H.J. Seemann, Ordinarius für Metallkunde an der Universität des Saarlandes, hatte sich bereits vor längerer Zeit bereit erklärt, diese Arbeit als Doktordissertation anzunehmen. Ich möchte ihm an dieser Stelle für sein grosses Interesse an der Durchführung dieser Arbeit, sein wohlwollendes Entgegenkommen und seine Bemühungen recht herzlich danken.

Diese Arbeit wurde erst durch meine Teilnahme am "Scientists Research Project" der "International Cooperation Administration" und der "National Academy of Sciences" in Washington, D.C., USA ermöglicht. Die amerikanische Atomenergiekommission (AEC) gewährte eine finanzielle Unterstützung.

Dem Herrn Minister für Kultus, Unterricht und Volksbildung der Regierung des Saarlandes danke ich für die Gewährung eines Forschungsstipendiums.

INHALT:

		Seite
I.	Einleitung	1
II.	Problemstellung	6
III.	Einfluss der Stapelfehler auf die Röntgeninterferenzlinien von kubisch flächenzentrierten Metallen.	
	1.) Berechnung der reflektierten Intensität eines kubisch flächenzentrierten Einkristalles mit Stapelfehlern.	7
	2.) Linienverschiebung infolge der Stapelfehler.	17
	3.) Unsymmetrische Linienverbreiterung infolge der Stapelfehler.	21
IV.	Durchführung der Versuche.	
	1.) Probenherstellung.	24
	2.) Tieftemperatur-Zusatzgerät für den Norelco Diffraktometer	25
	3.) Messung der Interferenzlinien.	26
	4.) Bestimmung der Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit.	26
	5.) Fourier Analyse der Linienform nach der WARREN-AVERBACH Methode.	29
V.	Versuchsergebnisse.	
	1.) Kupfer und α-Messing.	39
	2.) Silber.	45
	3.) Aluminium.	48
VI.	Diskussion der Versuchsergebnisse.	50
VII.	Zusammenfassung.	59
VIII.	Literaturverzeichnis.	62
IX.	Abbildungen.	64

I. EINLEITUNG.

Als Kaltverformung oder Kaltbearbeitung bezeichnet man eine plastische Verformung unterhalb einer bestimmten, für jedes Metall charakteristischen Temperaturgrenze, der Rekristallisationstemperatur. Da nun diese Temperaturgrenze von den verschiedensten Faktoren, wie z. B. Verformungsbetrag, Beimengungen im Metall, abhängig ist, ist die oben angeführte Definition nicht eindeutig. Daher spricht man von Kaltverformung auf Grund der Wirkungen, die sie auf die Struktur und die Eigenschaften des Metalls ausübt. Eine der wichtigsten Folgen ist die Verfestigung.

Die Kaltbearbeitung verändert weitgehend das Röntgeninterferenzbild eines Metalles. Von Bedeutung ist die Verbreiterung der Debye-Scherrer-Linien von polykristallinem Material. Diese Verbreiterung wird im allgemeinen auf die beiden folgenden Effekte zurückgeführt.

1.) Eine Verringerung der Grösse der kohärent streuenden Bereiche im Metall und
2.) eine Verzerrung innerhalb dieser Bereiche.

Mit modernen Methoden ist es möglich, die Linienverbreiterung durch diese Effekte zu trennen und die mittlere Grösse der kohärent streuenden Bereiche (Teilchengrösse) sowie die mittlere Verzerrung (Gitterverzerrung) zu bestimmen.

Falls die Linienverbreiterung durch die Teilchengrösse hervorgerufen wird, ist die gemessene Linienbreite proportional $\lambda/\cos\vartheta$, wobei λ die Wellenlänge der Röntgenstrahlen und ϑ der Bragg'sche Reflexionswinkel sind. Demgegenüber bedingen Gitterverzerrungen im Metall eine Verbreiterung, die proportional $\mathrm{tg}\,\vartheta$ und unabhängig von λ ist.

Als Linienbreite benützt man am zweckmässigsten die "Integralbreite", die als Fläche der Interferenzlinie dividiert durch die maximale Höhe definiert ist. Die experimentelle Bestimmung dieser so definierten Linienbreite ist allerdings mit Schwierigkeiten verbunden. Durch die geometrische Aufnahmeanordnung bedingt ist jede Interferenzlinie noch zusätzlich verbreitert. Diese sogenannte "Apparatur-Verbreiterung" muss zuerst korrigiert werden, wobei früher gewisse Annahmen in Bezug auf die Form der Interferenzlinien gemacht wurden. STOKES (1) hat gezeigt, dass mit Hilfe einer Fourier Analyse sich diese Korrektur ohne jegliche Annahme bezüglich der Linienform durchführen lässt.

Um zu entscheiden, welche der beiden oben genannten Verbreiterungseinflüsse in kaltbearbeiteten Metallen von Bedeutung ist, wurde die Linienbreite in Abhängigkeit des Reflexionswinkels ϑ und der Wellenlänge λ vermessen. BRINDLEY (2) untersuchte die Verbreiterung von Metallfeilspänen und deutete seine Versuchsergebnisse auf Grund der Gitterverzerrungen. WOOD (3) führte die von ihm beobachtete Linienverbreiterung ausschliesslich auf den Einfluss der Teilchengrösse zurück. Bei kaltgewalztem Kupfer fanden dagegen DEHLINGER und KOCHENDÖRFER (4), dass beide Verbreiterungseinflüsse von Bedeutung sind. HALL (5) schlug eine einfache Formel zur Trennung der Linienverbreiterung durch Teilchengrösse und Gitterverzerrung vor, wonach die gemessene, korrigierte Integralbreite die Summe der durch Teilchengrösse und Gitterverzerrung bedingten Integralbreiten ist. Diese Beziehung setzt voraus, dass die Form der Interferenzlinien eine Cauchy-Funktion $y = c/1+k^2x^2$ ist, wobei c und k Konstanten sind. HALL konnte auf Grund der bis dahin veröffentlichten Versuchsergebnisse zeigen, dass eine Linienverbreiterung durch Teilchengrösse infolge Kaltbearbeitung vorhanden ist, jedoch der überwiegende Teil der Verbreiterung auf Gitterverzerrungen zurück-

zuführen ist. WARREN und AVERBACH (6) haben einen grundsätzlichen Fortschritt erzielt, indem sie eine Methode entwickelten, die von den durch die STOKES Korrektur erhaltenen Fourier Koeffizienten ausgehend eine Bestimmung der Teilchengrösse und der Gitterverzerrung ohne jegliche Voraussetzungen erlaubt.

BARRETT (7) wies darauf hin, dass in kubisch flächenzentrierten Metallen durch die Kaltverformung Stapelfehler (stacking faults) in den (111) Ebenen entstehen können. Diese Stapelfehler verursachen ebenfalls eine Verbreiterung der Röntgeninterferenzlinien, die nach PATERSON (8) analog einer Verbreiterung durch Teilchengrösse ist.

Zunächst werden die Stapelfehler als Gitterfehler definiert. Betrachten wir eine dichteste Kugelpackung und beschreiben sie mit Hilfe von hexagonalen Schichten. In jeder Schicht sind drei verschiedene Lagemöglichkeiten A, B oder C für die Kugeln vorhanden. Die Schichtenfolge ABCABC beschreibt bekanntlich ein kubisch flächenzentriertes Gitter (Abb. 1a), während die Folge ABABAB eine hexagonal dichteste Kugelpackung darstellt. Die dichteste Packung in einem kubisch flächenzentrierten Gitter liegt in der (111) Ebene. Ist nun die m-te Atomschicht eine A-Schicht und die (m+1)-ste eine B-Schicht, so können durch Gleitung auf der (111) Ebene alle Schichten oberhalb der m-ten Schicht gleichzeitig so verschoben werden, dass die (m+1)-ste Schicht eine C-Schicht wird (Abb. 1b). Man sagt nun, dass zwischen der m-ten und der (m+1)-sten Schicht ein Verformungsstapelfehler aufgetreten ist. Ein einziger Verformungsstapelfehler verursacht vier Atomschichten mit hexagonaler Schichtenfolge. Wir erhalten also die Folge ABCACABC, wobei CACA die hexagonalen Schichten sind. Die Wahrscheinlichkeit, dass zwischen zwei benachbarten (111) Ebenen ein Verformungsstapelfehler auftritt, bezeichnen wir mit α.

Ist nach der (m+1)-sten Schicht jede weitere Schicht in gleicher Weise verschoben wie die (m+1)-ste, d.h. tritt ein Verformungsstapelfehler nach dem anderen auf, so entsteht die Folge ABCACBA, die einen Zwilling darstellt (Abb. 1c). Die Schichtenfolgen ABC und CBA beschreiben das kubisch flächenzentrierte Gitter gleich gut und wir betrachten nur die Übergangsschicht, die die Spiegelebene des Zwillings darstellt, als einen Zwillingsstapelfehler . Die Wahrscheinlichkeit, dass zwischen zwei benachbarten (111) Ebenen ein Zwillingsstapelfehler auftritt, bezeichnen wir mit β . Es lässt sich zeigen, dass der Zwillingsstapelfehler im kubisch flächenzentrierten Gitter ein Wachstumsstapelfehler ist. Der kleinste Zwilling, der überhaupt auftreten kann, wäre ein Zwilling von einer Zelldimension und könnte mit der Schichtenfolge ABCACBCABC beschrieben werden, wobei ACB den Zwilling darstellt (Abb. 1d). Man bezeichnet diesen Zwilling in der angelsächsischen Literatur als "extrinsic stacking fault", während der Verformungsstapelfehler "intrinsic stacking fault" genannt wird.

Im Hinblick auf Abschnitt III dieser Arbeit ist in Abb. 1e das gleichzeitige Auftreten von Verformungs- und Zwillingsstapelfehlern dargestellt.

PATERSON berechnete theoretisch den Einfluss der Stapelfehler auf einer (111) Netzebenenschar auf die Röntgeninterferenzen von kubisch flächenzentrierten Metallen. Er konnte zeigen, dass Verformungsstapelfehler eine symmetrische Linienverbreiterung und eine Linienverschiebung verursachen, während Zwillingsstapelfehler eine unsymmetrische Linienverbreiterung und eine vernachlässigbar kleine Linienverschiebung hervorrufen.

WARREN und WAREKOIS (9) konnten das Auftreten von Verformungs-

stapelfehlern experimentell in kaltverformtem α-Messing bestätigen. Sie untersuchten Feilspäne aus α-Messing mit verschiedenem Zinkgehalt und bestimmten die Form und die Lage der Interferenzlinien mit einem Norelco Diffraktometer. Die beobachtete Linienverschiebung war in Übereinstimmung mit der PATERSON Theorie und gestattete eine direkte Bestimmung der Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α. Diese Autoren fanden, dass α mit steigendem Zinkgehalt zunimmt und einen maximalen Wert von $\alpha = 0,04$ für Ms 65 erreicht. Dies entspricht im Mittel einem Auftreten von 1 Stapelfehler nach jeweils 25 (111) Ebenen. Die Linienverschiebung verschwand im Temperaturbereich von 175°C bis 250°C. Die Gitterverzerrungen und die Teilchengrössen in Feilspänen wurden nach der WARREN - AVERBACH Methode bestimmt. Es ergab sich, dass ein beachtlicher Teil der überraschend kleinen Teilchengrössen von 70 bis 250 A auf das Vorhandensein von Verformungsstapelfehlern zurückgeführt werden kann.

BARRETT (10) beobachtete das gleiche Verhalten wie bei α-Messing in α-Cu-Si-Legierungen, wo eine Erhöhung des Si-Gehaltes ein Ansteigen der Stapelfehlerdichte nach sich zieht.

Kupferfeilspäne, die bei Raumtemperatur hergestellt und vermessen wurden, weisen im Vergleich zu Ms 65 nur sehr wenige Stapelfehler auf. GREENOUGH und SMITH (11) fanden eine Verformungsstapelfehlerdichte, die einem Auftreten von 1 Stapelfehler nach jeweils 150 (111) Ebenen entspricht. SCHOENING und VAN NIEKERK (12) untersuchten Silberfeilspäne, die teils unter flüssigem Sauerstoff, teils bei Raumtemperatur hergestellt wurden. Nach einer Erholung der Proben von einer Stunde bei Raumtemperatur konnten sie keine Linienverschiebung, d.h. keine Verformungsstapelfehler mehr beobachten. Sie fanden allerdings mit der WARREN - AVERBACH Methode über-

raschend kleine Teilchengrössen von 150 bis 300 A. HIRSCH, KELLY und MENTER (13) konnten dagegen mit Hilfe der "Microbeam" Technik zeigen, dass Verformungsstapelfehler in gehämmerten Goldfolien auftreten. Sie folgerten aus ihren Ergebnissen, dass die Verformungsstapelfehler teilweise gehäuft auftreten und dass Anzeichen von Zwillingsbildung vorhanden sind. (14). Zusätzlich beobachteten sie eine hexagonale Goldphase, die sie ebenfalls durch Anhäufung von Stapelfehlern erklärten.

II. PROBLEMSTELLUNG.

Die Versuchsergebnisse von WARREN und WAREKOIS zeigten, dass in α-Messing die Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α mit steigendem Zinkgehalt zunimmt. In reinem Kupfer und Silber dagegen ist die Verformungsstapelfehlerdichte sehr gering. Dieses Verhalten der Metalle und Legierungen kann folgende Gründe haben:

1.) Die Energiedifferenz zwischen kubisch flächenzentriertem Gitter und hexagonal dichtester Kugelpackung kann durch Hinzufügen von Zn bzw. Si in Kupfer verringert werden.
2.) Die Erholung der Verformungsstapelfehler bei Raumtemperatur ist in reinen Metallen grösser als in Legierungen, wo durch Hinzufügen einer zweiten Komponenten die Erholung verzögert werden kann.

Um zu entscheiden, welche der beiden Erklärungsmöglichkeiten zutreffend ist, werden Versuche an Kupfer, α-Messing, Silber und Aluminium bei tiefen Temperaturen durchgeführt. Hierdurch soll eine Erholung möglichst ausgeschaltet werden. Nach SEEGER (15) ist ein Auftreten von Stapelfehlern in kaltverformtem Kupfer und Silber zu erwarten. Aluminium dagegen sollte selbst bei tiefen

Temperaturen keine Stapelfehler aufweisen.

Wie HIRSCH, KELLY und MENTER (siehe oben) gezeigt haben, müssen wir mit der Möglichkeit rechnen, dass Anhäufungen von Verformungsstapelfehlern in kubisch flächenzentrierten Metallen vorhanden sind, die möglicherweise zu Zwillingen führen.

Im Hinblick darauf wird die PATERSON Theorie auf den Fall ausgedehnt, dass Verformungsstapelfehler und Zwillingsstapelfehler gleichzeitig und unabhängig voneinander in einem kubisch flächenzentrierten Kristall auftreten. Im nächsten Abschnitt wird die Gleichung für die Intensität, die von einem kubisch flächenzentrierten Gitter mit beiden Arten von Stapelfehlern reflektiert wird, in Form einer Fourier Reihe hergeleitet. Die oben erwähnten Tieftemperatur-Versuche an Cu, α-Messing, Ag und Al sollen zusätzlich zeigen, ob die verallgemeinerte Stapelfehlertheorie die Versuchsergebnisse in befriedigender Weise erklären kann.

III. EINFLUSS DER STAPELFEHLER AUF DIE RÖNTGENINTERFERENZEN VON KUBISCH FLÄCHENZENTRIERTEN METALLEN.

1.) Berechnung der reflektierten Intensität eines kubisch flächenzentrierten Einkristalls mit Stapelfehlern.

Die röntgenographische Methode erlaubt eine Bestimmung der Stapelfehler in kubisch flächenzentrierten Metallen. Wir betrachten zunächst den Einfluss der Verformungs- und Zwillingsstapelfehler in einem Einkristall auf die Röntgeninterferenzen. Bei der Berechnung setzen wir voraus, dass beide Arten von Stapelfehlern gleichzeitig, unabhängig und nur auf einer der vier möglichen (111) Netzebenenscharen

auftreten. Zur Durchführung der Rechnung beschreibt man das kubische Gitter am besten in hexagonalen Koordinaten mit der (111) Ebene als neue Basisebene, wobei folgende Transformationsformeln für die Umrechnung der kubischen Achsen a_1, a_2 und a_3 in hexagonale Achsen A_1, A_2 und A_3 sowie der kubischen Indizes h k ℓ in hexagonale Indizes H K L gelten.

$$\vec{A}_1 = -\vec{a}_1/2 + \vec{a}_2/2 \qquad H = -h/2 + k/2$$

$$\vec{A}_2 = -\vec{a}_2/2 + \vec{a}_3/2 \qquad K = -k/2 + \ell/2 \qquad /1/$$

$$\vec{A}_3 = \vec{a}_1 + \vec{a}_2 + \vec{a}_3 \qquad L = h + k + \ell$$

Für die Debye-Scherrer Linien (111), (200), (220) und (311) sind die entsprechenden kubischen Indizes in Tabelle 1 zusammengestellt.

Um die Intensität einer Röntgeninterferenzlinie von einem kubisch flächenzentrierten Kristall berechnen zu können, ist es notwendig, die Intensität als eine Summe über Schichten anstelle der Summe über alle Einheitszellen darzustellen.

Es seien m_1 m_2 m_3 die hexagonalen Koordinaten eines Atoms innerhalb einer (111) Schicht. Wir bezeichnen die Lage dieses Atoms mit dem Vektor $\vec{r}_m$, wobei

$$\vec{r}_m = m_1\vec{A}_1 + m_2\vec{A}_2 + m_3\vec{A}_3/3 + \vec{\delta}(m_3) \qquad /2/$$

ist und $\vec{\delta}(m_3)$ eine durch Stapelfehler bedingte Verschiebung in der m_3-ten (111) Schicht kennzeichnet (siehe Tabelle 2).

Tabelle 1.

Transformation der kubischen Indizes (h k ℓ) in hexagonale Indizes (H K L) für L>0.

hkℓ	HKL	H - K		hkℓ	HKL	H - K
111	003	0		311	$\bar{1}05$	$\bar{1}$
$11\bar{1}$	$0\bar{1}1$	1		131	$1\bar{1}5$	2
$1\bar{1}1$	$\bar{1}11$	$\bar{2}$		113	015	$\bar{1}$
$\bar{1}11$	101	1		$3\bar{1}1$	$\bar{2}13$	$\bar{3}$
				$\bar{1}31$	$2\bar{1}3$	3
200	$\bar{1}02$	$\bar{1}$		$\bar{1}13$	113	0
020	$1\bar{1}2$	2		$31\bar{1}$	$\bar{1}\bar{1}3$	0
002	012	$\bar{1}$		$13\bar{1}$	$1\bar{2}3$	3
				$1\bar{1}3$	$\bar{1}23$	$\bar{3}$
220	$0\bar{1}4$	1		$3\bar{1}\bar{1}$	201	$\bar{2}$
202	$\bar{1}14$	$\bar{2}$		$\bar{1}3\bar{1}$	$2\bar{2}1$	4
022	104	1		$\bar{1}\bar{1}3$	021	$\bar{2}$
$\bar{2}20$	$2\bar{1}0$	3				
$\bar{2}02$	110	0				
$0\bar{2}2$	$\bar{1}20$	$\bar{3}$				

Die Intensität kann durch folgenden Ausdruck dargestellt werden:

$$I = I_e f^2 \sum_{m_1}\sum_{m_2}\sum_{m_3} \exp\frac{2\pi i}{\lambda}(\vec{S}-\vec{S}_o)\vec{r}_m \sum_{m'_1}\sum_{m'_2}\sum_{m'_3} \exp\frac{-2\pi i}{\lambda}(\vec{S}-\vec{S}_o)\vec{r}_{m'} \qquad /3/$$

wobei $\vec{S}$ und $\vec{S}_o$ Einheitsvektoren in Richtung des reflektierten und des einfallenden Röntgenstrahles sind. I_e ist die Intensität,

die von einem Elektron gestreut wird und f ist der Atomformfaktor. Die Summation über $m_1 m_2 m_1' m_2'$ kann sofort ausgeführt werden. Wir bezeichnen mit N_1 und N_2 die Anzahl der Gitterzellen in der $\vec{A}_1$ und der $\vec{A}_2$ Richtung und führen die folgende Abkürzung ein:

$$\Psi^2 = I_e f^2 \frac{\sin^2 \frac{\pi}{\lambda}(\vec{S} - \vec{S}_o) N_1 \vec{A}_1}{\sin^2 \frac{\pi}{\lambda}(\vec{S} - \vec{S}_o) \vec{A}_1} \cdot \frac{\sin^2 \frac{\pi}{\lambda}(\vec{S} - \vec{S}_o) N_2 \vec{A}_2}{\sin^2 \frac{\pi}{\lambda}(\vec{S} - \vec{S}_o) \vec{A}_2} \qquad /4/$$

Mit diesen Beziehungen lässt sich Gleichung /3/ in folgender Weise darstellen:

$$I = \Psi^2 \sum_{m_3} \sum_{m_3'} \exp\left\{\frac{2\pi i}{\lambda}(\vec{S}-\vec{S}_o)\left[(m_3 - m_3')\vec{A}_3/3 + \vec{\delta}(m_3) - \vec{\delta}(m_3')\right]\right\} \qquad /5/$$

Wir setzen $m_3 - m_3' = m$ und $\vec{\delta}(m_3) - \vec{\delta}(m_3') = \vec{\delta}_m$ und definieren N_m als die Anzahl der Schichten, die einen m-ten Nachbar besitzen. Hierdurch kann die Doppelreihe in eine einfache Reihe übergeführt werden.

$$\boxed{I = \Psi^2 \sum_{m=-\infty}^{+\infty} N_m \exp\left\{\frac{2\pi i}{\lambda}(\vec{S} - \vec{S}_o)(m\vec{A}_3/3 + \vec{\delta}_m)\right\}} \qquad /6/$$

Der Diffraktionsvektor $(\vec{S} - \vec{S}_o)/\lambda$ kann im reziproken Gitter mit Hilfe der kontinuierlichen Variablen $h_1\ h_2\ h_3$ und der Vektoren $\vec{B}_1\ \vec{B}_2\ \vec{B}_3$, die die reziproken Vektoren zu $\vec{A}_1\ \vec{A}_2\ \vec{A}_3$ sind, dargestellt werden. Es gilt:

$$(\vec{S} - \vec{S}_o)/\lambda = h_1\vec{B}_1 + h_2\vec{B}_2 + h_3\vec{B}_3 \qquad /7/$$

Wir führen ferner die folgende Abkürzung Φ_m ein:

$$\Phi_m = \frac{2\pi}{\lambda}(\vec{S}-\vec{S}_o)\vec{\delta}_m = 2\pi\,(h_1\vec{B}_1 + h_2\vec{B}_2 + h_3\vec{B}_3)\vec{\delta}_m \qquad /8/$$

Dann ergibt sich aus Gleichung /6/ folgender Ausdruck:

$$\boxed{I = \Psi^2 \sum_{m=-\infty}^{+\infty} N_m \langle \exp i\Phi_m \rangle \exp(2\pi i m h_3/3)} \qquad /9/$$

wobei

$$\Psi^2 = I_e f^2 \frac{\sin^2 \pi N_1 h_1}{\sin^2 \pi h_1} \cdot \frac{\sin^2 \pi N_2 h_2}{\sin^2 \pi h_2} \qquad /10/$$

ist. Aus den Gleichungen /9/ und /10/ folgt, dass die Intensität nur dann von Null verschieden ist, wenn h_1 und h_2 annähernd gleich einer ganzen Zahl H und K sind. Daher können wir den Mittelwert $\langle \exp i\Phi_m \rangle$ aus Gleichung /9/ wie folgt schreiben:

$$\langle \exp i\Phi_m \rangle = \langle \exp\left[2\pi i\,(H\vec{B}_1 + K\vec{B}_2 + h_3\vec{B}_3)\,\vec{\delta}_m\right] \rangle \qquad /11/$$

Der Effekt der Stapelfehler auf die reflektierte Röntgenstrahlenintensität ist in diesem Mittelwert $\langle \exp i\Phi_m \rangle$ enthalten. Um diese Grösse berechnen zu können, führen wir Wahrscheinlichkeiten ein, die eine Beziehung über das Auftreten der Lagemöglichkeiten A, B oder C in den (111) Schichten angeben (siehe Abb. 1). Es seien P^o_m, P^-_m bzw. P^+_m die Wahrscheinlichkeiten, dass die m-te Schicht eine A, B bzw. C Schicht ist, falls die 0-te Schicht eine A Schicht ist. Ähnliche Beziehungen gelten für den Fall,

dass die 0-te Schicht eine B oder C Schicht ist. (siehe Tabelle 2). Die Verschiebung einer A Schicht in eine B, C oder A Schicht wird durch die Vektoren $\vec{\delta}_m$ beschrieben.

Tabelle 2.

Wahrscheinlichkeiten P_m und Verschiebungen $\vec{\delta}_m$ zwischen 0-ter und m-ter (111) Schicht.

Schicht 0	Schicht m	Wahrscheinlichkeiten	Verschiebungen $\vec{\delta}_m$
A	A	P_m^o	0
B	B		
C	C		
A	B	P_m^-	$-\vec{A}_1/3 + \vec{A}_2/3$
B	C		
C	A		
A	C	P_m^+	$+\vec{A}_1/3 - \vec{A}_2/3$
B	A		
C	B		

Mit Hilfe der Grössen P_m und $\vec{\delta}_m$ lässt sich der Mittelwert $\langle \exp i\Phi_m \rangle$ in folgender Form darstellen:

$$\langle \exp i\Phi_m \rangle = P_m^o \exp\left[2\pi i\,(H\vec{B}_1 + K\vec{B}_2 + h_3\vec{B}_3).\,0\right]$$
$$+ P_m^- \exp\left[2\pi i\,(H\vec{B}_1 + K\vec{B}_2 + h_3\vec{B}_3).(-\vec{A}_1/3 + \vec{A}_2/3)\right]$$
$$+ P_m^+ \exp\left[2\pi i\,(H\vec{B}_1 + K\vec{B}_2 + h_3\vec{B}_3).(+\vec{A}_1/3 - \vec{A}_2/3)\right]$$

$$\langle \exp i\phi_m \rangle = P_m^o + P_m^- \exp\left\{-\frac{2\pi i}{3}(H-K)\right\} + P_m^+ \exp\left\{+\frac{2\pi i}{3}(H-K)\right\} \quad /12/$$

Damit ergibt sich für die Intensität eines kubisch flächenzentrierten Einkristalls mit Stapelfehlern folgender allgemeiner Ausdruck:

$$I = \Psi^2 \sum_{m=-\infty}^{+\infty} N_m \left\{P_m^o + P_m^- \exp\left[-\frac{2\pi i}{3}(H-K)\right] + P_m^+ \exp\left[+\frac{2\pi i}{3}(H-K)\right]\right\} \cdot \exp(2\pi i m h_3/3) \quad /13/$$

Ist H-K = 3M, wobei M ganzzahlig ist, dann wird $\langle \exp i\phi_m \rangle = 1$, weil $P_m^o + P_m^- + P_m^+ = 1$ ist. Die Stapelfehler beeinflussen demnach die Reflexionen, für die H-K = 3M ist, nicht und wir erhalten scharfe Interferenzlinien.

Ist dagegen $H-K = 3M \pm 1$, dann ergibt sich:

$$I = \Psi^2 \sum_{m=-\infty}^{+\infty} N_m \left\{-1/2 + \frac{3}{2}P_m^o - (\pm)\, i\frac{\sqrt{3}}{2}(P_m^- - P_m^+)\right\} \exp(2\pi i m h_3/3) \quad /14/$$

Sind in einem kubisch flächenzentrierten Metall Verformungs- und Zwillingsstapelfehler vorhanden, so ist $P_m^- = P_m^+$. Dies folgt aus der Tatsache, dass die Schichtenfolgen ABC und CBA gleich wahrscheinlich sind, sobald Zwillinge von willkürlicher Grösse im Kristall vorhanden sind (siehe Abb. 1e). Damit ergibt sich aus Gleichung /14/ :

$$I = \Psi^2 \sum_{m=-\infty}^{+\infty} N_m \left(-\frac{1}{2} + \frac{3}{2}P_m^o\right) \exp(2\pi i m h_3/3) \quad /15/$$

Es ist nun unsere Aufgabe, die Wahrscheinlichkeiten P^o_m zu berechnen. P^o_m ist die Wahrscheinlichkeit, dass, wenn wir eine willkürliche Schicht als Anfangsschicht A definieren, die m-te Schicht ebenfalls eine A Schicht ist. Diese Wahrscheinlichkeit kann mit Hilfe einer Differenzengleichung berechnet werden. Für den Fall des gleichzeitigen Auftretens von Verformungsstapelfehlern und Zwillingsstapelfehlern in kubisch flächenzentrierten Metallen wurde die Differenzengleichung bereits von GEVERS (15) angegeben. Die Lösung dieser Gleichung lautet:

$$P^o_m = 1/3 + C_1 x_1 + C_2 x_2$$

wobei x_1 und x_2 die Wurzeln der Gleichung

$$x^2 + (1 - \beta)\, x + (1 - 2\beta)\,[1 - 3\alpha(1 - \alpha)] = 0$$

sind und C_1 und C_2 aus den Grenzwertsbedingungen

$$P^o_o = 1 \quad \text{und} \quad P^o_1 = 0$$

berechnet werden können. Die Grössen α und β wurden bereits in der Einleitung als Verformungs- und Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeiten definiert. Mit Hilfe der angegebenen Beziehungen ergibt sich:

$$\boxed{P^o_m = 1/3 \left\{ 1 + |Y|\,|Z|^{|m|}\, 2 \cos(\mu - |m|\nu)\, \exp im\bar{\pi} \right.} \qquad /16/$$

In dieser Gleichung /16/ bedeuten:

$$|Y| = \sqrt{\frac{3\,(1-2\beta)(1-2\alpha)^2}{3\,(1-2\beta)(1-2\alpha)^2 - \beta^2}} \qquad /17/$$

$$|Z| = \sqrt{(1-2\beta)\,[1-3\alpha(1-\alpha)]} \qquad /18/$$

$$\operatorname{tg}\mu = \frac{\beta}{\sqrt{3(1-2\beta)(1-2\alpha)^2 - \beta^2}} \qquad /19/$$

$$\operatorname{tg}\nu = \frac{\sqrt{3(1-2\beta)(1-2\alpha)^2 - \beta^2}}{1-\beta} \qquad /20/$$

Setzen wir den Wert von P_m^o in die Intensitätsgleichung /15/ ein, so erhalten wir:

$$I = \Psi^2 \sum_{m=-\infty}^{+\infty} N_m\, |Y|\,|Z|^{|m|} \cos(\mu - |m|\nu) \exp[2\pi i m(h_3/3+1/2)] \qquad /21/$$

Diese Gleichung kann wie folgt umgeformt werden:

$$I = \Psi^2 \left\{ N + \sum_{m=1}^{+\infty} N_m\, |Y|\,|Z|^m \cos(\mu - m\nu)\, 2\cos[2\pi m(h_3/3 + 1/2)] \right\} \qquad /22/$$

wobei N die Anzahl der Schichten im Kristall ist. Unter Berücksichtigung der trigonometrischen Beziehungen:

$$2\cos x \cos y = \cos(x+y) + \cos(x-y)$$

und

$$\cos(x \pm y) = \cos x \cos y \mp \sin x \sin y$$

lässt sich die Gleichung /22/ in folgende endgültige Form überführen:

$$I = \Psi^2 N \left\{ \frac{1}{2} + \sum_{m=1}^{+\infty} \frac{N_m}{N} Z^m \left[\cos 2\pi m(h_3/3 + 1/2 + \nu/2\pi) + \operatorname{tg}\mu \sin 2\pi m(h_3/3 + 1/2 + \nu/2\pi) \right] + \frac{1}{2} + \sum_{m=1}^{+\infty} \frac{N_m}{N} Z^m \left[\cos 2\pi m(h_3/3 + 1/2 - \nu/2\pi) - \operatorname{tg}\mu \sin 2\pi m(h_3/3 + 1/2 - \nu/2\pi) \right] \right\} \qquad /23/$$

Diese Gleichung stellt die Intensität im reziproken Raum des kubisch flächenzentrierten Gitters dar, das in hexagonalen Koordinaten beschrieben ist. Aus der Definition von Ψ^2 folgt, dass die Reflexe in der B_1 und der B_2 Richtung nicht verbreitert sind. In der B_3 Richtung dagegen sind die reziproken Punkte verbreitert und aus ihren ursprünglichen Lagen verschoben, wie wir im folgenden zeigen werden. Das reziproke Gitter für einen kubisch flächenzentrierten Einkristall, der beide Arten von Stapelfehlern enthält, ist in Abb. 2 dargestellt.

Die Intensität I wird durch die Summation von zwei Funktionen in Form von Fourier Reihen wiedergegeben. Die erste Funktion besitzt ein Maximum für

$$h_3 = 3p - 3/2 - 3\nu/2\pi$$

wo p ganzzahlig ist, während die zweite Funktion ein Maximum für

$$h_3 = 3p - 3/2 + 3\nu/2\pi$$

besitzt. Sind die Stapelfehler-Wahrscheinlichkeiten α und β klein, dann wird in erster Näherung $\operatorname{tg}\nu = \sqrt{3}$ oder $\nu = 2\pi/6$. In diesem Fall besitzt die Intensität ein Maximum für $h_3 = L=3p + 1$, das zur ersten Fourier Reihe gehört, und ein Maximum für $h_3 = L = 3p-1$, das zur zweiten Fourier Reihe gehört. Es lässt sich zeigen, dass das eine Maximum dem Gitter mit der ABC Schichtenfolge und das andere dem Zwilling mit der CBA Folge zuzuordnen ist. Entspricht das ganzzahlige Triple HKL einer Reflexion der ABC Folge, dann besitzt der zugehörige Zwilling eine Reflexion mit den entsprechenden hexagonalen Indizes $HK\bar{L}$, weil die (111) Ebene die Spiegelebene des Zwillings darstellt und somit das reziproke Gitter des

Zwillings spiegelsymmetrisch zur B_1B_2 Ebene des reziproken Gitters der ABC Folge ist. Ist also für das ursprüngliche Gitter $L = 3p + 1$, dann ist für den Zwilling $L' = \bar{L} = -3p - 1 = 3p'-1$ und umgekehrt. Daraus folgt, dass die eine Fourier Reihe der Gleichung /23/ die ABC Folge und die zweite den zugehörigen Zwilling CBA beschreibt.

Die Gleichung /23/, die nur für $H-K = 3M \pm 1$ gilt, enthält die Einflüsse der Stapelfehler auf die Röntgeninterferenzlinien. Die Stapelfehler verursachen folgende Effekte:

a.) Die ursprüngliche Reflexion HKL wird in zwei Reflexionen HKL und $HK\bar{L}$ aufgespaltet, die jeweils die halbe integrierte Intensität besitzen.

b.) Die Interferenzlinien HKL und $HK\bar{L}$ sind unsymmetrisch verbreitert.

c.) Die Maxima der Interferenzlinien sind aus ihren ursprünglichen Lagen verschoben.

2.) Linienverschiebung infolge der Stapelfehler.

Betrachten wir zunächst den Einfluss der Stapelfehler auf die Lage der Röntgeninterferenzlinien. Wie wir bereits erwähnt haben, verursachen die Stapelfehler eine Verschiebung des Maximums einer Reflexion. Ist $L = 3p \pm 1$, dann besitzt die Intensität ein Maximum für $h_3 = 3p - 3/2 - (\pm)\, 3\nu/2\pi$. Sind die Stapelfehler-Wahrscheinlichkeiten α und β annähernd Null, dann wird $\operatorname{tg} \nu_o = \sqrt{3}$. Wir bezeichnen mit Δh_3 die Verschiebung des Maximums aus seiner ursprünglichen Lage. Es gilt:

$$\Delta h_3 = - (\pm)\, (\nu - \nu_o)\, 3/2 \qquad /24/$$

Unter Berücksichtigung der trigonometrischen Beziehung:

$$\operatorname{tg}(\nu - \nu_o) = \frac{\operatorname{tg}\nu - \operatorname{tg}\nu_o}{1 + \operatorname{tg}\nu \operatorname{tg}\nu_o}$$

ergibt sich:

$$\operatorname{tg}(\nu - \nu_o) = \frac{\sqrt{3(1-2\beta)(1-2\alpha)^2 - \beta^2} - \sqrt{3}(1-\beta)}{1-\beta + \sqrt{3}\sqrt{3(1-2\beta)(1-2\alpha)^2 - \beta^2}} \qquad /25/$$

Sind α und β klein ($\alpha < 1/10$ bzw. $\beta < 1/10$), dann können wir Gleichung /24/ in folgender Form schreiben:

$$\Delta h_3 = (\pm)\ \frac{3\sqrt{3}}{4}\ \alpha \qquad \text{für } L = 3p \pm 1 \qquad /26/$$

Diese Gleichung ist mit der von PATERSON bzw. von WARREN und WAREKOIS abgeleiteten Gleichung identisch. Sie zeigt, dass die Linienverschiebung nur durch die Verformungsstapelfehler verursacht wird. Somit erlaubt diese Verschiebung eine Bestimmung der Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α unabhängig von dem Auftreten der Zwillingsstapelfehler.

Δh_3 bezeichnet die Verschiebung des reziproken Punktes längs der B_3 Achse. Experimentell bestimmt man aber die Interferenzlinie als Funktion von $2\vartheta^o$, wobei ϑ der Bragg'sche Reflexionswinkel ist, mit Hilfe eines Diffraktometers. Es ist daher zunächst unsere Aufgabe, Δh_3 in $\Delta 2\vartheta^o$ umzuwandeln. Es gelten die Beziehungen (siehe Abb. 3):

$$\frac{2 \sin\vartheta}{\lambda} = \sqrt{(H\vec{B}_1 + K\vec{B}_2)^2 + (h_3\vec{B}_3)^2} \qquad /27/$$

und $$h_3|\vec{B}_3| = \frac{2 \sin\vartheta}{\lambda} \cos\varphi \qquad /28/$$

wobei φ der Winkel zwischen der Normalen auf die reflektierende Netzebene (hkℓ) und der Normalen auf die (111) Ebene oder, wie aus Abb. 3 ersichtlich, der Winkel zwischen $\vec{B}_3$ und $H\vec{B}_1 + K\vec{B}_2 + h_3\vec{B}_3$ ist, wobei h_3 in erster Näherung gleich L ist (siehe oben). Es folgt ferner aus Abb. 3, dass

$$\Delta \frac{2 \sin\vartheta}{\lambda} = \Delta (h_3|\vec{B}_3|) \cos\varphi \qquad /29/$$

ist. Somit können wir schreiben:

$$\frac{\Delta h_3}{h_3} \cos\varphi = \frac{\lambda}{2 \sin\vartheta \cos\varphi} \frac{\cos\vartheta}{\lambda} \Delta(2\vartheta)$$

$$\Delta(2\vartheta) = 2 \operatorname{tg}\vartheta \cos^2\varphi . \Delta h_3/h_3 \qquad /30/$$

Es gilt ferner: $$\cos^2\varphi = \frac{h_3^2}{3(h^2 + k^2 + \ell^2)} \qquad /31/$$

Wir können in Gleichung /30/ h_3 durch $L = h + k + \ell$ und Δh_3 durch die Gleichung /26/ ersetzen und erhalten folgende Beziehung:

$$\boxed{\Delta(2\vartheta^\circ) = (\pm) \frac{90\sqrt{3}}{\pi^2} \frac{h + k + \ell}{h^2 + k^2 + \ell^2} \operatorname{tg}\vartheta \cdot \alpha} \qquad /32/$$

für $L = h + k + \ell = 3p \pm 1$. Hierbei wird $2\vartheta^\circ$ in Grad gemessen

und $(hk\ell)$ sind die kubischen Indizes. Setzen wir:

$$G_{hk\ell} = (\pm)\ \frac{90\sqrt{3}}{\pi^2}\ \frac{h+k+\ell}{h^2+k^2+\ell^2} \qquad \text{für } h+k+\ell = 3p \pm 1 \quad /33/$$

dann ergibt sich für eine Einkristallreflexion:

$$\boxed{\Delta(2\vartheta^\circ) = G_{hk\ell}\ .\ \mathrm{tg}\,\vartheta\ .\ \alpha} \qquad /34/$$

Sobald die Interferenzlinien von polykristallinem Material vermessen werden, ist zu beachten, dass diese Linien aus mehreren Einkristallreflexionen zusammengesetzt sind. Die Anzahl und Art der Einkristallreflexionen, die eine Debye-Scherrer Linie ergeben, sind für die (111), (200), (220) und (311) Linien in Tabelle 1 zusammengestellt. Aus den Bedingungen $H - K = 3M$ bzw. $L = h + k + \ell = 3p$ und $H - K = 3M \pm 1$ bzw. $L = 3p \pm 1$ folgt, dass die Debye-Scherrer Linien aus verschiedenen Komponenten zusammengesetzt sind, die in verschiedener Weise von den Stapelfehlern beeinflusst werden, wie in Abb. 4 gezeigt ist. Die Verschiebung $\langle \Delta 2\vartheta^\circ \rangle$ einer Debye-Scherrer Linie ist daher durch folgende Beziehung mit der Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α verknüpft:

$$\boxed{\langle \Delta(2\vartheta^\circ) \rangle = j \langle G_{hk\ell} \rangle\ \mathrm{tg}\,\vartheta\ .\ \alpha} \qquad /35/$$

wobei j den Bruchteil der $(hk\ell)$ Netzebenen darstellt, die durch die Stapelfehler verschoben werden. $\langle G_{hk\ell} \rangle$ ist der Mittelwert aller beeinflussten $(hk\ell)$ Linien. Die Werte für $j\langle G_{hk\ell} \rangle$ sind für die einzelnen Debye-Scherrer Linien in Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3:

Werte für j, $\langle\cos\varphi\rangle$, $j\langle\cos\varphi\rangle$ und $j\langle G_{hk\ell}\rangle$.

$hk\ell$	j	$\langle\cos\varphi\rangle$	$j\langle\cos\varphi\rangle$	$j\langle G_{hk\ell}\rangle$
111	3/4	1/3	1/4	+ 3,95
200	1	$1/\sqrt{3}$	$1/\sqrt{3}$	- 7,90
220	1/2	$2/\sqrt{6}$	$1/\sqrt{6}$	+ 3,95
311	1/2	$\sqrt{3}/\sqrt{11}$	$\sqrt{3}/2\sqrt{11}$	- 1,44
222	3/4	1/3	1/4	- 1,98
400	1	$1/\sqrt{3}$	$1/\sqrt{3}$	+ 3,95

3.) Unsymmetrische Linienverbreiterung infolge der Stapelfehler.

Wie wir bereits erwähnt haben, verursachen Stapelfehler ausser der Linienverschiebung noch eine unsymmetrische Linienverbreiterung. Das Produkt $Z^m N_m/N$ in Gleichung /23/ stellt den absoluten Betrag der Fourier Koeffizienten $|C_m|$ dar, während $\operatorname{tg}\mu_m$ der Tangens des Phasenwinkels ist. Die unsymmetrische Linienform ist durch $\operatorname{tg}\mu_m \neq 0$ gegeben.

Wir betrachten ein polykristallines Material und setzen voraus, dass die (111) Schichten in sich sämtlich die gleichen Dimensionen $N_1\vec{A}_1$ und $N_2\vec{A}_2$ besitzen. Die Anzahl aller (111) Schichten in der untersuchten Probe ist durch die folgende Beziehung gegeben:

$$N = \sum_{i=1}^{\infty} i\, n_i \qquad /36a/$$

wobei n_i die Anzahl der Kristalle mit i Schichten ist.

Ferner gilt:

$$N_m = \sum_{i=|m|}^{\infty} (i - |m|)\, n_i \qquad /36b/$$

wobei N_m die Anzahl der Schichten, die einen m-ten Nachbar besitzen, ist.

Für den absoluten Betrag der Fourier Koeffizienten ergibt sich dann:

$$|C_m| = Z^m \frac{1}{N} \sum_{i=|m|}^{\infty} (i - |m|)\, n_i \qquad /37/$$

wobei Z durch die Gleichung /18/ definiert ist. Berechnet man nach der Methode von BERTAUT (16) die Neigung der Tangenten an die Kurve $|C_m|$ im Punkte m = o, so ergibt sich:

$$+\left(\frac{d|C_m|}{dm}\right)_{m=0} = \ln Z - 1/\bar{i} \qquad /38/$$

wobei $\bar{i}$ die mittlere Anzahl der Schichten im Kristall ist.

Sind α und β klein, dann kann Gleichung /38/ wie folgt umgeformt werden:

$$-\left(\frac{d\,C_m}{dm}\right)_{m=0} = 1/\bar{i} + (3\alpha + 2\beta)/2 \qquad /39/$$

Im allgemeinen trägt man die berechneten Fourier Koeffizienten als Funktion von $E = md_{hk\ell} = md_{111}/\cos\varphi$ auf, wobei $d_{hk\ell}$ der Netzebenenabstand zwischen benachbarten (hkℓ) Ebenen und d_{111} der Abstand zwischen benachbarten (111) Ebenen sind. E gibt somit die Entfernung zwischen m (hkℓ) Netzebenen im Kristall an, wobei m die betreffende Harmonische in der Fourier

Darstellung (Gleichung /23/) charakterisiert. Es gilt:

$$\frac{d|C_E|}{dE} = \frac{d|C_m|}{dm} \frac{dm}{dE} \qquad /40/$$

Damit ergibt sich aus Gleichung /39/ folgende Beziehung:

$$\boxed{-\left(\frac{d|C_E|}{dE}\right)_{E=0} = \frac{1}{D} = \frac{1}{\bar{E}} + \frac{1}{2}(3\alpha + 2\beta) \frac{\cos\varphi}{d_{111}}} \qquad /41/$$

Mit D kennzeichnen wir eine "effektive Teilchengrösse" und mit $\bar{E} = \bar{i}d_{hk\ell}$ die mittlere Ausdehnung der kohärent streuenden Gitterbereiche senkrecht zur reflektierenden Netzebenen. Unter dem Begriff "effektive Teilchengrösse", wie wir ihn im folgenden gebrauchen werden, verstehen wir eine effektiv gemessene Teilchengrösse, die einerseits durch eine Substruktur oder Fragmentation und andererseits durch Stapelfehler verursacht wird.

Da das Debye-Scherrer Diagramm von polykristallinem Material durch Überlagerung von Einkristallreflexionen zustande kommt, denen verschiedene Werte für $\cos\varphi$ entsprechen und unter denen solche sind, die durch Stapelfehler nicht verbreitert werden, müssen wir für die effektive Teilchengrösse einen gemittelten Wert $\langle D \rangle$ einsetzen gemäss der Beziehung:

$$\boxed{\frac{1}{\langle D \rangle} = \frac{1}{\bar{E}} + \frac{3\alpha + 2\beta}{2d_{111}} j \langle \cos\varphi \rangle} \qquad /42/$$

wobei j wieder den Bruchteil der Reflexionen derjenigen Netzebenen angibt, die durch Stapelfehler beeinflusst werden. Die Werte für j, $\langle \cos\varphi \rangle$ und $j\langle \cos\varphi \rangle$ sind in Tabelle 3 angegeben.

Der Phasenwinkel μ_E erlaubt eine direkte Bestimmung der Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit β . Ist $\alpha \ll 1$ und $\beta \ll 1$, so gilt:

$$\operatorname{tg} \mu_E = \operatorname{tg} \mu = \frac{\beta}{\sqrt{3}} \qquad /43/$$

Diese Beziehung gilt nur für einen Einkristall. Nun ist aber die (200) Debye-Scherrer Linie von polykristallinem Material aus 6 Einkristallreflexen zusammengesetzt, die alle die gleiche unsymmetrische Linienform aufweisen. Daher ist diese Linie die einzige mit niedrigen Miller Indizes, die eine Bestimmung von β auch an polykristallinem Material mit Hilfe der Diffraktometerkurven erlaubt.

IV. DURCHFÜHRUNG DER VERSUCHE.

1.) Probenherstellung.

Feilspäne von Kupfer, α-Messing, Silber und Aluminium wurden unter flüssigem Stickstoff hergestellt. Eine "Nicolsen" Feile Nr.4 wurde in ein Dewar Gefäss , das bis zur Hälfte mit flüssigem Stickstoff gefüllt war, eingetaucht und ein kleines Metallstück über diese Feile hin und herbewegt. Um eine genügende Menge Feilspäne für eine Probe zu erhalten, musste etwa 15 bis 20 Minuten gefeilt werden. Die Feilspäne wurden im Dewar Gefäss in den Probenhalter (Abb. 5) mit Hilfe eines kleinen Löffels eingefüllt, glatt gepresst und mit Cellophan abgedeckt. Für Proben, die bei Raumtemperatur oder höheren Temperaturen geglüht wurden, war dieses Verfahren nicht notwendig. Die unter flüssigem Stickstoff hergestellten, dann geglühten Feilspäne wurden bei

Raumtemperatur in den Probenhalter gefüllt, mit einer Lösung von Kanada Balsam in Xylol oder Duco in Aceton benetzt und dann glatt gepresst.

2.) Tieftemperatur-Zusatzgerät für den "Norelco" Diffraktometer.

Die Interferenzlinien wurden mit einem Norelco Diffraktometer bei - 160°C und bei Raumtemperatur vermessen. Für die Tieftemperaturmessungen musste ein besonderer Goniometerkopf für den Norelco Diffraktometer konstruiert werden (Abb. 5).

Ein kompakter Plexiglaszylinder wurde mit einer Aussparung A_1 für den Probenhalter P versehen. Damit die Röntgenstrahlen auf die Probe auftreffen können, wurde eine weitere Aussparung A_2 ausgefräst, die mit einer dünnen Mylar-Schicht im Abstande a_1 und mit einer weiteren Mylar-Folie an der Oberfläche O des Plexiglaszylinders abgedeckt wurde. Zwischen beide Folien wurde ein angewärmter, trockener Stickstoffstrom eingeblasen, der eine Isolationsschicht zwischen der kalten Probe und der Aussenluft bildete.

Der Probenhalter P bestand aus einem kastenförmigen Messingbehälter mit einer Vertiefung in der Oberfläche für die Aufnahme der Feilspäne. Dieses Messingkästchen wurde mit einem flüssigen oder gerade verdampften Stickstoffstrom aus einem Dewar Gefäss mit Hilfe eines regelbaren Überdruckes durchblasen. Der aus dem Probenhalter austretende Stickstoffstrom wurde auf die Probenoberfläche geleitet und verhinderte in Verbindung mit der oben beschriebenen Isolationsschicht eine Eisbildung auf der Probenoberfläche selbst unter den ungünstigsten Witterungsbedingungen.

Mit Hilfe des regelbaren flüssigen oder verdampften Stickstoffstromes konnte eine Temperatur von -160°C mit einer Genauigkeit von $\pm$ 5°C erreicht werden. Die Temperaturmessung erfolgte mit einem Kupfer-Konstantan Thermoelement, das an dem Probenhalter in unmittelbarer Nähe der Feilspäne befestigt war.

3.) Messung der Interferenzlinien.

Wie wir bereits erwähnt haben, wurden die Röntgeninterferenzlinien mit einem Norelco Diffraktometer vermessen. Für die Messungen an Cu, α-Messing und Al wurde gefilterte Co-K_α-Strahlung benutzt, während die Ag-Linien mit gefilterter Cu-K_α-Strahlung aufgenommen wurden. Da die reflektierte Intensität gross genug war, konnten alle Linien mit Hilfe eines automatischen Schreibgerätes der Firma "Brown" registriert werden. Die Zeitkonstante des Gerätes wurde kurz genug gewählt, so dass der Schreiber den Schwankungen in der Intensität augenblicklich folgen konnte. Hiermit wurde eine möglichst grosse Genauigkeit in der Registrierung der Linien erreicht.

Die Interferenzlinien von α-Messing wurden zusätzlich mit monochromatischer Cu-K_α-Strahlung und Geiger-Müller-Zählrohr vermessen. Als Monochromator wurde ein doppelt gekrümmter LiF-Kristall nach CHIPMAN (17) benutzt, der eine derart hohe Intensität lieferte, dass auch hier eine automatische Registrierung der Interferenzlinien mit einem "Brown Recorder" möglich war.

4.) Bestimmung der Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit.

Die Lage des Maximums einer Interferenzlinie ist für die Be-

stimmung der Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α von Bedeutung. Daher ist eine möglichst genaue Messung des Reflexionswinkels $2\vartheta^{\circ}$ einer Debye-Scherrer Linie anzustreben.

Für scharfe Linien mit $K\alpha_1$-$K\alpha_2$ Aufspaltung ist diese Messung leicht durchführbar. Das Maximum der $K\alpha_1$ bzw. $K\alpha_2$ Linie ergibt sich in der registrierten Intensitätskurve durch die Extrapolation der Linienmitten gegen die Linienspitze (Abb. 6a). Unter der Linienmitte verstehen wir den Mittelpunkt der zum Untergrund parallelen Strecken (Linienbreiten), die durch die Form der Interferenzlinie gegeben sind. Als Linienlage benutzen wir den Schwerpunkt der $K\alpha_1$-$K\alpha_2$ Linien, der mit Hilfe der folgenden Beziehung berechnet werden kann:

$$2\vartheta^{\circ} = 2\vartheta^{\circ}_{\alpha_1} + \frac{1}{3}\left(2\vartheta^{\circ}_{\alpha_2} - 2\vartheta^{\circ}_{\alpha_1}\right) \qquad /44/$$

wobei $2\vartheta^{\circ}_{\alpha_1}$ das Maximum der $K\alpha_1$-Linie und $2\vartheta^{\circ}_{\alpha_2}$ das der $K\alpha_2$ sind. Gleichung /44/ hat zur Voraussetzung, dass die Intensität der $K\alpha_1$-Linie doppelt so gross wie die der $K\alpha_2$-Linie ist.

Die Extrapolation der Linienmitten kann ebenfalls zur Bestimmung des Maximums von sehr breiten Linien, die keine $K\alpha_1$-$K\alpha_2$ Aufspaltung zeigen, benutzt werden (siehe Abb. 6b).

Sehr oft erweisen sich die verbreiterten Debye-Scherrer Linien von kaltverformten, kubisch flächenzentrierten Metallen als unsymmetrisch. Auf die Erklärung dieser unsymmetrischen Linienform wurde bereits in Abschnitt III eingegangen. Aus diesem Grunde ist eine rechnerische Bestimmung des Schwerpunktes als Mass für die Lage des Linienmaximums nicht möglich. Doch selbst für symmetrische Linien erscheint uns der Fehler in der

Bestimmung des Schwerpunktes infolge der Ungenauigkeiten in der Registrierung der Linienausläufer nicht unbeträchtlich.

Für Linien, für die eine $K\alpha_1$-$K\alpha_2$ Aufspaltung gerade sichtbar wird, ist die Extrapolation der Linienmitten nur beschränkt anwendbar. In diesem Falle ist die von PAPOULIS (18) vorgeschlagene graphische Methode die geeignetste, weil Fehler in der Bestimmung der Linienausläufer weniger Gewicht haben. Die PAPOULIS Methode hat aber zur Voraussetzung, dass die $K\alpha_1$ bzw. $K\alpha_2$ Interferenzlinien eine symmetrische Form besitzen. Dies ist meist für weniger stark verbreiterte Linien von Material mit geringer Stapelfehlerdichte eine brauchbare Annahme.

Der grösste Teil der Lagebestimmungen der Interferenzmaxima wurde nach dem Extrapolationsverfahren durchgeführt. Die Genauigkeit in der Bestimmung der Maxima $2\vartheta^{\circ}$ von verbreiterten Interferenzen kann mit $\pm 0{,}01^{\circ}$ angegeben werden. Für scharfe Linien ist die Genauigkeit etwas grösser.

Die Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeiten α wurden aus der Änderung des Abstandes zwischen zwei benachbarten Linien von kaltverformtem und erholtem Material berechnet. Die Abstandsänderung der (111) - (200), (200) - (220), (220) - (311) und (311) - (222) Reflexionen wurden experimentell bestimmt. Die (222) und (400) Linien waren infolge der höheren Reflexionswinkel sehr stark verbreitert und meist sehr schwach, so dass eine genaue Bestimmung des Linienmaximums hier nicht mehr möglich war. Alle Interferenzlinien wurden in einem einzigen Durchlauf registriert, um Einstellfehler möglichst auszuschalten.

Die Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α kann mit Hilfe der Gleichung /35/ berechnet werden. Es gilt für ein polykristallines Material:

$$(2\vartheta^{o}_{\text{kaltb.}} - 2\vartheta^{o}_{\text{erh.}})_{hk\ell} = \Delta(2\vartheta^{o})_{hk\ell} = j\langle G_{hk\ell}\rangle \operatorname{tg}\vartheta_{hk\ell} \cdot \alpha$$

Für die Abstandsänderung zweier benachbarter Reflexionen $(hk\ell)$ und $(h'k'\ell')$ gilt dann:

$$(2\vartheta^{o}_{hk\ell} - 2\vartheta^{o}_{h'k'\ell'})_{\text{kaltb.}} - (2\vartheta^{o}_{hk\ell} - 2\vartheta^{o}_{h'k'\ell'})_{\text{erholt}} = \Delta(2\vartheta^{o}_{hk\ell} - 2\vartheta^{o}_{h'k'\ell'}) = \varkappa \cdot \alpha \qquad /45/$$

wobei $$\varkappa = (j\langle G\rangle \operatorname{tg}\vartheta)_{hk\ell} - (j\langle G\rangle \operatorname{tg}\vartheta)_{h'k'\ell} \qquad /46/$$

ist. Diese Beziehung erlaubt eine direkte Berechnung der Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α aus den gemessenen Abstandsänderungen.

5.) Fourier Analyse der Linienform nach der WARREN und AVERBACH Methode.

Die Ursachen für die Linienverbreiterung der Röntgeninterferenzen von kaltbearbeiteten Metallen sind nach der bisherigen Auffassung Teilchengrösse und Gitterverzerrungen. Im theoretischen Teil dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass Stapelfehler ebenfalls eine Verbreiterung verursachen, die analog einer Verbreiterung durch Teilchengrösse ist und von der letzteren nicht getrennt werden kann.

Ausser den oben angeführten Ursachen ist eine Debye-Scherrer

Linie noch zusätzlich durch die geometrische Aufnahmeanordnung verbreitert. Diese sogenannte instrumentelle Verbreiterung wurde nach der STOKES Methode korrigiert. Diese Methode beruht auf der Voraussetzung, dass die Linien, die nur eine instrumentelle Verbreiterung zeigen, experimentell bestimmt werden können, was für Interferenzlinien von geglühten Metallfeilspänen der Fall ist. Hierbei setzen wir voraus, dass die Erholungsglühung von Metallfeilspänen kurz unterhalb der Rekristallisationstemperatur ausreichend ist, alle Verbreiterungseinflüsse durch Teilchengrösse und Gitterverzerrungen zu beseitigen. Diese Annahme ist für praktische Zwecke erfüllt, besonders wenn man berücksichtigt, dass die Korrektur für die instrumentelle Verbreiterung bei sehr breiten Linien weniger kritisch ist. Nach STOKES berechnet man die Fourier Koeffizienten C_m(kaltb.) der (hkℓ) Reflexion der kaltbearbeiteten Probe und die Koeffizienten C_m(erholt) der erholten (hkℓ) Linie mit Hilfe der BEEVERS-LIPSON Streifen (19). Es lässt sich zeigen, dass die Fourier Koeffizienten C_m der nur durch Teilchengrösse und Gitterverzerrungen verbreiterten Linie einfach die Quotienten C_m(kaltb.) / C_m(erholt) sind, wobei die C_m komplexe Zahlen sein können. Wir bezeichnen die Koeffizienten C_m als die korrigierten Fourier Koeffizienten.

Wie wir bereits in der Einleitung erwähnt haben, entwickelten WARREN und AVERBACH eine Methode, die von den korrigierten Fourier Koeffizienten C_m ausgehend eine Bestimmung der Teilchengrösse und der Gitterverzerrungen erlaubt und in ihren Grundzügen nachfolgend erläutert wird.

Die Gesamtintensität einer Debye-Scherrer Linie wird durch den folgenden Ausdruck dargestellt:

$$P_{2\vartheta} = K_{hk\ell} \iint \frac{I(h_1 h_2 h_3)}{tg\,\vartheta} \frac{d_{hk\ell}}{\lambda} \, dh_1 \, dh_2 \qquad /47/$$

wo $K_{hk\ell}$ eine für eine gegebene $(hk\ell)$ Reflexion charakteristische Konstante, ϑ der Bragg'sche Reflexionswinkel, $d_{hk\ell}$ der Netzebenenabstand und λ die Wellenlänge der Röntgenstrahlen sind. $I(h_1 h_2 h_3)$ ist die Intensität einer Einkristallreflexion im reziproken Gitter, wie sie z.B. in Abschnitt III hergeleitet wurde. Mit einem Diffraktometer wird nur ein ebener Schnitt durch den Debye-Scherrer Ring vermessen. Die experimentell gemessene Intensität ist daher:

$$P'_{2\vartheta} = \frac{P_{2\vartheta}}{2\pi R \sin 2\vartheta} = K'_{hk\ell} \iint I(h_1 h_2 h_3) \, dh_1 \, dh_2 \qquad /48/$$

wobei

$$K'_{hk\ell} = \frac{K_{hk\ell} \, d_{hk\ell}}{2\pi R \sin^2 \vartheta}$$

und R der Radius des Diffraktometerkreises sind. Es versteht sich dabei, dass $R \sin 2\vartheta$ der Radius des Debye-Scherrer Ringes ist.

Nach der verallgemeinerten Theorie von WARREN (20) lässt sich für ein polykristallines Material mit sehr kleiner Teilchengrösse und mit Gitterverzerrungen die Grösse $P'_{2\vartheta}$ in folgender Form darstellen:

$$P'_{2\vartheta} = K''_{hk\ell} \sum_n C_n(\ell_o) \exp(2\pi i n x) \qquad /49/$$

wobei $K''_{hk\ell} = K'_{hk\ell} N f^2$ ist. N ist die Anzahl der (111) Schichten in der bestrahlten Probe und f der Atomformfaktor. Die Fourier Koeffizienten $C_n(\ell_o)$ sind von der Ordnung ℓ_o der $(hk\ell)$ Reflexionen abhängig.

Im Falle des kubischen Gitters gilt:

$$d_{hk\ell} = \frac{d_1}{\ell_o} = \frac{a}{h^2 + k^2 + \ell^2} \qquad /50/$$

wobei d_1 der Netzebenenabstand der 1. Ordnung der $(hk\ell)$ Reflexionen und a die Gitterkonstante sind. Die Variable x ist durch folgende Beziehung gegeben:

$$x = \frac{2a'}{\lambda} (\sin\vartheta - \sin\vartheta_o) \qquad /51/$$

wobei ϑ_o der Winkel des Linienmaximums und ϑ die Winkelveränderliche im Fourier Intervall sind. Die Grösse a' ist eine Konstante, die von der Grösse des Fourier Intervalls abhängt.

Die Fourier Koeffizienten $C_n(\ell_o)$ können durch Integration berechnet werden:

$$C_n(\ell_o) = \frac{1}{K''} \int P'_{2\vartheta} \exp(-2\pi i n x)\, dx \qquad /52/$$

Das Integrationsintervall ist $-\frac{1}{2} < x < +\frac{1}{2}$. Für $x = 1/2$ gilt $\vartheta = \vartheta_n$ und wir erhalten:

$$x_n = \frac{1}{2} = \frac{2a'}{\lambda} (\sin\vartheta_n - \sin\vartheta_o)$$

$$a' = \frac{\lambda}{4 (\sin\vartheta_n - \sin\vartheta_o)} \qquad /53/$$

Die Wahl des Fourier Intervalls bestimmt den Wert von ϑ_n und somit die Grösse a'. Es besteht folgende Beziehung zwischen den Grössen n, a' und m, $d_{hk\ell}$:

$$E = na' = md_{hk\ell} \qquad /54/$$

Der absolute Betrag der Fourier Koeffizienten $|C_n(\ell_o)|$ und der Phasenwinkel μ_n werden mit Hilfe der BEEVERS-LIPSON Streifen berechnet, indem das Integral der Gleichung /52/ durch eine Reihe ersetzt wird. Falls eine instrumentelle Verbreiterung der Linien von Bedeutung ist, muss jene nach der bereits erwähnten STOKES Methode korrigiert werden. Die berechneten, korrigierten Koeffizienten tragen wir dann als eine Funktion der Grösse E auf (siehe Abschnitt III, 3) und erhalten die Kurven $|C_E(\ell_o)|$ und μ_E in Abhängigkeit von E. Der Koeffizient $|C_o(\ell_o)|$ für $E = 0$ stellt die von der Intensitätsverteilungskurve umschriebene Fläche dar. Wir normieren alle Fourier Koeffizienten, so dass $|C_o(\ell_o)| = 1$ wird.

Da die Linienverbreiterung im allgemeinen durch Teilchengrösse und Gitterverzerrungen verursacht wird, müssen beide Grössen voneinander getrennt werden. Nach WARREN und AVERBACH (21) gilt:

$$C_E(\ell_o) = C_E^P \cdot C_E^P(\ell_o) \qquad /55/$$

wobei

$$C_E^D = \left\langle \cos\left[2\pi\, \ell_o\, (\Delta E)_E / d_1\right]\right\rangle \qquad /56/$$

und C_E^P durch die Gleichung /37/ gegeben ist.

Die Linienverbreiterung, die durch Gitterverzerrungen verursacht wird (Koeffizient C_E^D), ist von der Ordnung der Reflexionen abhängig, während die Verbreiterung durch Teilchengrösse (Koeffizient C_E^P) unabhängig von ℓ_o ist. Trägt man $|C_E(\ell_o)|$ als eine Funktion von ℓ_o auf, so ergibt sich der Schnittpunkt dieser Kurven mit der Ordinaten den Wert für C_E^P. Es lässt sich zeigen, dass für kleine Werte von ℓ_o und E die Grösse $C_E^D(\ell_o)$ in folgender Form approximiert werden kann:

$$C_E^D(\ell_o) = \exp\left\{-2\pi^2 \ell_o^2 \left(\frac{E}{d_1}\right)^2 \left(\frac{\Delta E}{E}\right)^2\right\} \qquad /57/$$

Diese Beziehung ist für alle Werte von ℓ_o und E streng erfüllt, wenn $(\Delta E/E)^2$ eine Gauss'sche Verteilung besitzt. Aus der Gleichung /55/ ergibt sich:

$$|C_E(\ell_o)| = C_E^P \exp\left\{-2\pi^2 \ell_o^2 \left(\frac{E}{d_1}\right)^2 \left(\frac{\Delta E}{E}\right)^2\right\}$$

$$\ln|C_E(\ell_o)| = \ln C_E^P - 2\pi^2 \ell_o^2 \left(\frac{E}{d_1}\right)^2 \langle \varepsilon_E^2 \rangle \qquad /58/$$

wobei $\langle \varepsilon_E^2 \rangle = \left\langle \frac{\Delta E^2}{E^2} \right\rangle$ ist.

Trägt man $\ln|C_E(\ell_o)|$ als Funktion von ℓ_o^2 für verschiedene Werte von E auf, so müsste sich eine Gerade ergeben. Der Schnittpunkt dieser Geraden mit der Ordinaten liefert den Wert C_E^P und ihre Neigung ist proportional $\langle \varepsilon_E^2 \rangle$. Für höhere Werte von ℓ_o^2 und E sind unsere Voraussetzungen nicht mehr oder nur annähernd erfüllt, so dass hier die graphische Darstellung von $\ln|C_E|$ als Funktion von ℓ_o^2 nicht unbedingt linear zu sein braucht.

Stehen mehrere Ordnungen ℓ_o einer $(h_1 k_1 \ell_1)$ Reflexion zur Verfügung, so ist die Extrapolationskurve durch die Menge der Punkte eindeutig bestimmt. Es hat sich experimentell gezeigt, dass für kleine Werte von ℓ_o^2 ($\ell_o^2 <$ 10 bis 20) und E diese Extrapolationskurve in erster Näherung eine Gerade darstellt. Stehen nur zwei Ordnungen einer $(h_1 k_1 \ell_1)$ Reflexion zur Verfügung, z.B. (111) und (222) oder (200) und (400), so ist eine lineare Extrapolation der $\ln|C_E|$-Werte gegen $\ell_o^2 = 0$ die

physikalisch beste Annahme. WARREN und AVERBACH (21) bestimmten die ersten 5 Ordnungen einer (111) Reflexion von einem kaltgewalzten Cu-2%Si Einkristall und fanden, dass die Kurve $\ln|C_E(\ell_o)|$ bis zu einem Wert von $\ell_o^2 = 16$ oder $h^2 + k^2 + \ell^2 = \ell_o^2 (h_1^2 + k_1^2 + \ell_1^2) = 50$ sehr gut durch eine Gerade dargestellt werden kann. Ein ähnliches Ergebnis wurde von MCKEEHAN und WARREN (22) an Wolframfeilspänen gefunden. Hier konnten alle Reflexionen (hkℓ) benutzt werden, da Wolfram elastisch isotrop ist und eine isotrope Teilchengrösse aufweist. Sie fanden eine Gerade bis zu Werten von $h^2 + k^2 + \ell^2 = 10$. Messungen an Aluminiumfeilspänen, die bei tiefen Temperaturen hergestellt und untersucht wurden, führten zu dem gleichen Ergebnis (Abb. 7 und Abb. 8), worüber im experimentellen Teil dieser Arbeit eingehender berichtet wird.

Wie wir bereits erwähnt haben, lässt sich aus der Neigung der Geraden $\ln|C_E|$ als Funktion von ℓ_o^2 die Grösse $\langle \varepsilon_E^2 \rangle^{1/2}$, d.h. die Gitterverzerrungen, berechnen. Es gilt nach Gleichung /58/:

$$\langle \varepsilon_E^2 \rangle = \frac{d_1}{2\pi^2 E^2} \left(\ln C_E^P - \ln|C_E| \right) \qquad /59/$$

Da $\ln C_E^D = \ln (C_E / C_E^P)$ ist, können wir schreiben:

$$\sqrt{\langle \varepsilon_E^2 \rangle} = \frac{d_1}{\sqrt{2}\pi E} \cdot \frac{1}{\sqrt{\ln C_E^D}} \qquad /60/$$

wobei C_E^D die Fourier Koeffizienten für die Verzerrungsverbreiterung der 1. Ordnung der (hkℓ) Reflexionen sind.

Die Fourier Koeffizienten C_E^P , die nur den Teilchengrössen-effekt enthalten, werden mit der oben beschriebenen Methode durch Extrapolation der $|C_E|$-Werte gegen $\ell_o^2 = 0$ bestimmt. Trägt man die Werte C_E^P in Abhängigkeit der Grösse E auf, so müsste diese Kurve nach BERTAUT als eine gerade Linie mit negativer Neigung in E = 0 beginnen und dann allmählich eine konkave, nach oben gerichtete Krümmung zeigen (siehe Abb. 7). In Praxis ist aber eine gewisse Unsicherheit in der Bestimmung der C_E^P -Werte für kleines E vorhanden, die durch Ungenauigkeiten in der Messung des Auslaufbereiches der Interferenzlinie und durch die Korrektur für die Gitterverzerrungen bedingt sind. Daher erscheint sehr oft ein "Höcker" in der C_E^P Kurve bei kleinen E-Werten (Abb. 7). Ein solcher Höcker ist aber physikalisch nicht möglich, da er eine negative Teilchengrössenverteilung nach sich ziehen würde. Wie BERTAUT gezeigt hat, entspricht die zweite Ableitung der C_E^P -Kurve nach E der Teilchengrössenverteilung. Der Höcker verursacht eine negative zweite Ableitung und damit eine negative Teilchengrössenverteilung, was nicht möglich sein kann. Aus diesem Grunde zeichnet man die bestmögliche Gerade durch die Menge der Punkte C_E^P für kleines E. Der Schnittpunkt dieser verlängerten Geraden mit der Abszisse E ist ein Mass für die Teilchengrösse $\langle D \rangle$.

Auf Grund des oben angeführten Höckereffektes ist die Trennung von Teilchengrösse und Gitterverzerrungen mit Hilfe einer einzigen Interferenzlinie nach der von EASTABROOK und WILSON (24) sowie GARROD und AULD (25) angewandten Methode nicht möglich. Dies wurde ebenfalls von HAUK und HUMMEL (26) gezeigt, die allerdings diese Methode irrtümlicherweise als WARREN-AVERBACH Methode bezeichneten.

Eine richtige Anwendung der Fourier Analyse nach WARREN und AVERBACH liefert durchaus zuverlässige Werte

Wie wir in Abschnitt III gezeigt haben, ist die effektiv gemessene Teilchengrösse $\langle D \rangle$ durch die Gleichung /42/ definiert. Die reziproke negative Neigung der Tangenten an die C_E^P -Kurve in $E = 0$ ist durch den Abszissenabschnitt des Schnittpunktes der Tangenten mit der Abszisse E gegeben, da nach Definition $C_o^P = 1$ ist. Somit ergibt sich die Teilchengrösse $\langle D \rangle$ sofort aus dem E-Wert des Schnittpunktes der Tangenten mit der Abszisse.

Unter der Annahme, dass die wahre Teilchengrösse $\overline{E}$ gross ist ($\overline{E} > 1000$ A), kann eine scheinbare Teilchengrösse $\langle D_s \rangle$, die nur durch Stapelfehler bedingt ist, nach folgender Formel berechnet werden:

$$\boxed{\langle D_s \rangle = \frac{2d_{111}}{3\alpha + 2\beta} \frac{1}{j \langle \cos \varphi \rangle}} \qquad /61/$$

Da $j\langle \cos \varphi \rangle$ für verschiedene $(hk\ell)$ Reflexionen verschiedene Werte annimmt (siehe Tabelle 3), ist auch $\langle D_s \rangle$ von der kristallographischen Orientierung abhängig. Das Verhältnis der scheinbaren Teilchengrössen in der $[111]$ Richtung und in der $[100]$ Richtung ist somit:

$$\frac{\langle D_s(111) \rangle}{\langle D_s(100) \rangle} = 2,3 \qquad /62/$$

Dieses Ergebnis besagt, dass die Stapelfehler eine scheinbare Teilchengrösse hervorrufen, deren Gestalt durch die kristallographische Orientierung festgelegt ist.

Wie wir bereits in Abschnitt III gezeigt haben, erlaubt der Tangens des Phasenwinkels μ_E eine Bestimmung der Zwillingsstapelfehler Wahrscheinlichkeit β nach Gleichung /43/. Dabei setzen wir voraus, dass die Verbreiterung der Linien infolge der Verformungsstapelfehler, der wahren Teilchengrösse und der Gitterverzerrungen symmetrisch ist. Zur Bestimmung des Phasenwinkels, der nur den Effekt der Zwillingsstapelfehler enthält, muss der Anfangspunkt der Fourier Intervalle in die Lage des Linienmaximums gelegt werden. Anderfalls ergeben sich Phasenwinkel μ_E, die nicht durch die Unsymmetrie der Linienform bedingt sind. Es lässt sich zeigen, dass symmetrische Linien Werte $\mu \neq 0$ besizzen, wenn der Anfangspunkt der Fourier Intervalle nicht im Linienmaximum liegt. In diesem Falle ist aber μ_E als Funktion von E eine Gerade, die durch den Koordinatenanfangspunkt verläuft.

Allein die (2oo) Interferenzlinie von kubisch flächenzentrierten Metallen besteht aus Reflexionen, die alle in gleicher Weise durch die Stapelfehler unsymmetrisch verbreitert werden. Daher benutzen wir nur diese Debye-Scherrer Linie zur Berechnung der Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit β . Die (200) Linien mussten zuerst für die Variation des Atomformfaktors f und des Faktors $(1 + \cos^2 2\vartheta) / \sin^2 \vartheta$ korrigiert werden. Ferner waren die langen Ausläufer der (111) und (200) Linien voneinander zu trennen, was graphisch durchgeführt wurde. Da die Unsymmetrie der Linienform klein war, betrug der Phasenwinkel maximal 0,05 rad., d.h. die Sinus-Koeffizienten waren etwa 5% der Kosinus-Koeffizienten. Daher konnten die Sinus-Koeffizienten in der Berechnung des Absolutwertes $|C_E|$ meist vernachlässigt werden. Es folgt aus Gleichung /43/, dass tg μ_E eine Konstante unabhängig von E sein sollte. Dies ist in den experimentellen Ergebnissen

nur annähernd erfüllt. Die Abweichungen sind teils auf die Schwierigkeiten, die Linienausläufer genau zu bestimmen, zurückzuführen.

V. VERSUCHSERGEBNISSE.

1.) Kupfer und Alpha-Messing.

Feilspäne von O.F.H.C. Kupfer und α-Messing von der ungefähren Zusammensetzung 90%, 80%, 70% und 65% Cu (Rest Zn) wurden unter flüssigem Stickstoff hergestellt und anschliessend bei verschiedenen Temperaturen angelassen. Die Anlasszeit für die Kupferfeilspäne betrug 5 Minuten, während die Ms 90 Feilspäne etwa 30 Minuten auf einer konstanten Temperatur gehalten wurden. Alle Messungen an Cu wurden bei - 160°C durchgeführt, um eine Erholung bei Raumtemperatur zu vermeiden. Diese Erholung war bei Messingfeilspänen sehr gering. Nur die Ms 90 Probe wurde bei -120°C angelassen und bei -160°C vermessen, während alle anderen Messungen an α-Messing bei Raumtemperatur durchgeführt werden konnten.

In Abb. 9 sind die gemessenen Abstände zwischen den (111) und (200) Reflexionen in Abhängigkeit von der Anlasstemperatur aufgetragen. Da die Werte für hohe Temperaturen T gut erholten Proben entsprechen, ist die Verringerung der (111)-(200) Abstände auf den Einfluss der Kaltbearbeitung zurückzuführen. Die beobachtete Linienverschiebung verschwindet in einem Temperaturbereich von 0°C bis 100°C.

Die Abstände zwischen den (111) und (200) Reflexionen in Abhängigkeit von der Anlasszeit t für eine Erholungsglühung bei Raumtemperatur sind in Abb. 10 dargestellt. Bereits nach 5 Stunden ist die Linienverschiebung vollständig verschwunden.

Da Ms 90 eine grössere Linienverschiebung zeigte als Cu, schien es von Interesse zu sein, den Einfluss des Zn-Gehaltes in Cu nochmals näher zu untersuchen. Die Änderung der Abstände zwischen (111)-(200), (200)-(220), (220)-(311) und (311)-(222) sind in Tabelle 4 für Cu und α-Messing zusammengestellt. Die Messungen an Cu beziehen sich auf eine Anlasstemperatur von -140°C, während die Messingfeilspäne unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei Raumtemperatur vermessen wurden.

Wie wir in Abschnitt III gezeigt haben, lässt sich die beobachtete Linienverschiebung durch das Auftreten von Verformungsstapelfehlern erklären. Aus der Änderung der Abstände zwischen benachbarten Linien von kaltverformtem und erholtem Material kann die Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α nach Gleichung /45/ berechnet werden. In der Tabelle 4 sind die Werte für den Proportionalitätsfaktor $\varkappa$ aus Gleichung /45/ zusammengestellt, die eine Berechnung der Wahrscheinlichkeiten α aus den gemessenen Änderungen der Linienabstände erlaubt. Allein schon durch den Vergleich der Vorzeichen von $\varkappa$ und der Änderung der Linienabstände ist zu ersehen, dass die Linienverschiebung durch die Verformungsstapelfehler entsprechend den Voraussagen der Theorie verursacht sein muss. Lediglich bei der (311)-(222) Änderung zeigt sich eine Abweichung in umgekehrter Richtung. Doch ist sie gering und möglicherweise durch eine Anhäufung von Stapelfehlern bedingt. Die aus den einzelnen Abstandsänderungen für eine bestimmte Probe erhaltenen α^{-1} sind nur wenig voneinander verschieden. Der Mittelwert $\langle \alpha^{-1} \rangle$ (letzte Spalte der Tabelle 4) für die verschiedenen Proben wird mit zunehmendem Zinkgehalt kleiner, was bereits von WARREN und WAREKOIS gefunden wurde. Der Betrag der Stapelfehlerdichte (gegeben durch α) wird demgegenüber durch die Kaltbearbeitung bei tiefen Temperaturen erhöht.

Tabelle 4:

Änderung der Abstände zwischen benachbarten Linien von kaltverformtem und erholtem Material und daraus berechnete reziproke Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeiten α^{-1}, sowie Werte für $\varkappa$ für Kupfer und α-Messing. Cu wurde bei -140°C angelassen und bei -160°C vermessen, während die Messingfeilspäne bei Raumtemperatur sofort nach dem Feilen vermessen wurden.

Probe	hkℓ	h'k'ℓ'	Abstandsänderung	$\varkappa$	α^{-1}	$\langle\alpha^{-1}\rangle$
Cu	111	200	- 0,09	- 6,36	70	80
	200	220	+ 0,08	+ 8,36	100	
	220	311	- 0,09	- 5,94	65	
	311	222	+ 0,03	- 1,20	--	
Ms 90	111	200	- 0,12	- 6,32	53	60
	200	220	+ 0,10	+ 8,28	83	
	220	311	- 0,11	- 5,85	53	
	311	222	+ 0,05	- 1,18	--	
Ms 80	111	200	- 0,18	- 6,28	35	40
	200	220	+ 0,12	+ 8,23	55	
	220	311	- 0,17	- 5,78	35	
	311	222	+ 0,04	- 1,16	--	
Ms 70	111	200	- 0,27	- 6,25	23	25
	200	220	+ 0,25	+ 8,16	32	
	220	311	- 0,26	- 5,70	22	
	311	222	+ 0,09	- 1,13	--	
Ms 65	111	200	- 0,35	- 6,20	18	20
	200	220	+ 0,35	+ 8,08	24	
	220	311	- 0,31	- 5,65	18	
	311	222	+ 0,09	- 1,10	--	

Wie wir in Abschnitt III gezeigt haben, verursachen Stapelfehler neben der Linienverschiebung auch eine Linienverbreiterung. Daher wurden Fourier Analysen nach der WARREN-AVERBACH Methode durchgeführt und zwar für die 4 Reflexionen (111), (200), (222) und (400). Dies waren die einzigen Reflexionspaare erster und zweiter Ordnung, die eine Trennung der Verbreiterung infolge der Teilchengrösse und der Gitterverzerrungen erlaubten. Entsprechende Linien von erholten Proben wurden für die STOKES Korrektur benutzt. Die korrigierten Koeffizienten $|C_E|$ und μ_E wurden als Funktionen von $E = md_{hk\ell}$ aufgetragen, die die Entfernung innerhalb des Kristalls senkrecht zur reflektierenden Netzebene darstellt.

Die korrigierten Fourier Koeffizienten für Cu, Ms90, Ms 80, Ms 70 und Ms 65 sind in den Abbildungen 11 bis 15 wiedergegeben. Mit Hilfe der WARREN-AVERBACH Methode wurde die effektive Teilchengrösse $\langle D \rangle$,welche die mittlere wahre Teilchengrösse $\overline{E}$ und die durch Stapelfehler verursachte, scheinbare Teilchengrösse $\langle D_s \rangle$ enthält, sowie die Wurzel aus dem mittleren Quadrat der Gitterverzerrungen $\sqrt{\langle \varepsilon_E^2 \rangle}$ ermittelt. Die Änderungen dieser Grössen in Abhängigkeit der Temperatur sind in Abb. 16 für Kupferfeilspäne und in Abb. 17 für Ms 90 dargestellt. Da die Variation der Teilchengrössen $\langle D_{111} \rangle$ senkrecht zu den (111) Ebenen dieselbe ist wie die der reziproken Verformungsstapelfehler- Wahrscheinlichkeit α^{-1} , die ebenfalls in die Abb. 16 und 17 eingetragen sind, können wir folgern, dass die bei tiefen Temperaturen gemessenen Werte für $\langle D_{111} \rangle$ teilweise eine Folge der Verformungsstapelfehler sind. Die Gitterverzerrungen in Cu nehmen im Vergleich zu Ms 90 sehr schnell mit steigender Temperatur ab und sind bei Raumtemperatur schon sehr klein.

Die gemessenen effektiven Teilchengrössen $\langle D_{111} \rangle$ und $\langle D_{100} \rangle$, die Gitterverzerrungen $\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle_{111}^{1/2}$ und $\sqrt{\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle_{100}}$, sowie die reziproken Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeiten α^{-1} sind in der Tabelle 5 für Kupfer und α-Messing zusammengestellt und teilweise in Abb. 18 als Funktion des Zinkgehaltes graphisch dargestellt.

Tabelle 5:

Teilchengrössen, Gitterverzerrungen und reziproke Stapelfehlerdichten α^{-1} und β^{-1} in kaltverformten Kupfer- und Messingfeilspänen. Cu wurde bei -140°C angelassen und bei -160°C vermessen, während Messing sofort nach dem Feilen unter flüssigem Stickstoff bei Raumtemperatur vermessen wurde.

Probe	α^{-1}	β^{-1}	$\langle D_{s\,111} \rangle$	$\langle D_{111} \rangle$	$\langle D_{100} \rangle$	$\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle_{111}^{1/2}$	$\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle_{100}^{1/2}$
Cu	80	35	180 A	155 A	95 A	0,0034	--
Ms 90	60	25	135	125	75	0,0030	0,0043
Ms 80	40	20	95	90	50	0,0034	0,0050
Ms 70	25	17	70	80	38	0,0038	0,0060
Ms 65	20	15	60	65	32	0,0041	0,0062

Weiterhin konnte festgestellt werden, dass die Röntgeninterferenzlinien von kaltverformtem Cu und α-Messing eine unsymmetrische Linienverbreiterung zeigen. Diese unsymmetrische Linienform wurde nicht nur mit gefilterter Co-K_α Strahlung beobachtet,

sondern auch mit monochromatischer Cu-K_α Strahlung. Dieser Effekt kann durch das Auftreten von Zwillingsstapelfehlern in den Feilspänen erklärt werden. Wie wir bereits oben erwähnt haben, ist allein die (200) Reflexion für die Bestimmung der Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeiten β geeignet. Aus den Werten von $(tg\mu_E)_{200}$ für kleine Werte von E wurde die Grösse β^{-1} für verschiedene Proben nach Gleichung /43/ berechnet und in die Tabelle 5 eingetragen.

Die Werte für $\langle D_{s\,111} \rangle$ wurden nach der Gleichung /61/ berechnet und in der Tabelle 5 angeführt. Ein Vergleich mit den gemessenen Werten $\langle D_{111} \rangle$ zeigt nunmehr, dass die überraschend kleinen Teilchengrössen in nicht erholten Feilspänen fast ausschliesslich durch Stapelfehler in den (111) Ebenen verursacht worden sind. Ausserdem ergeben sich für das Verhältnis $\langle D_{111} \rangle / \langle D_{100} \rangle$ Werte zwischen 1,7 und 2,0, die mit dem theoretischen Wert 2,3 gemäss Gleichung /62/ befriedigend übereinstimmen.

Die Wurzel aus dem mittleren Quadrat der Gitterverzerrungen in der [100] Richtung für E = 50 A ist etwa 1,5 mal so gross wie jene in der [111] Richtung. Dies kann durch die Änderung des Elastizitätsmoduls mit der kristallographischen Orientierung erklärt werden. Berechnet man die Elastizitätskonstanten für polykristallines Ms 70 nach den Annahmen von VOIGT (27) und denen von REUSS (28) für die [100] bzw. [111] Richtung, so ergibt das Verhältnis der Mittelwerte der VOIGT- und der REUSS-Werte etwa den Wert 2, was in befriedigender Übereinstimmung mit dem experimentellen Verhältnis von 1,5 ist.

2.) Silber.

Silberfeilspäne von einem Reinheitsgrad 99,95 % wurden ebenfalls unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei verschiedenen Temperaturen 5 Minuten angelassen und bei -160°C vermessen.

In Abb. 19 sind die gemessenen Abstände zwischen den (111) und (200), (200) und (220), sowie (220) und (311) Reflexionen in Abhängigkeit der Anlasstemperatur T aufgetragen. Die beobachtete Änderung lässt sich auch hier durch das Auftreten von Verformungsstapelfehlern erklären. Die maximale Verformungsstapelfehlerdichte beträgt etwa 0,017, was einem Auftreten von 1 Stapelfehler nach jeweils 60 (111) Ebenen entspricht. In Tabelle 6 sind die Änderungen der Abstände zweier benachbarter Linien für verschiedene Anlasstemperaturen, die Grösse $\varkappa$ aus Gleichung /45/, sowie die reziproke Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α^{-1} zusammengestellt.

Die beobachtete Linienverschiebungen sind auch hier in Übereinstimmung mit der Stapelfehler-Theorie. Die Linienverschiebung verschwindet in einem Temperaturbereich von 0°C bis 100°C.

Abb. 20 zeigt die Variation der Abstände zwischen der (111) und der (200) Reflexion von Silber in Abhängigkeit der Anlasszeit für ein Anlassen bei Raumtemperatur. Die nach dem Anlassen von 5 Minuten beobachtete Linienverschiebung ist verhältnismässig klein und entspricht einem Auftreten von 1 Verformungsstapelfehler nach jeweils 110 (111) Ebenen. Bereits nach einer Stunde sind die Linienverschiebungen verschwunden, was auf eine Erholung der Verformungsstapelfehler hinweist. Dieses Ergebnis ist somit in Übereinstimmung mit den Messungen von SCHOENING und VAN NIEKERK.

Tabelle 6:

Änderung der Abstände zweier benachbarter Reflexionen, berechnete reziproke Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α^{-1} und Werte für $\varkappa$ für Silberfeilspäne, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei den angegeben Temperaturen angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

Anlass-temperatur	hkℓ	h'k'ℓ'	Abstands-änderung	$\varkappa$	α^{-1}	$\langle\alpha^{-1}\rangle$
- 150°C	111	200	-0,09	-4,59	50	60
	200	220	+0,09	+5,72	65	
	220	311	-0,06	-3,65	60	
- 70°C	111	200	-0,09		50	65
	200	220	+0,08		70	
	220	311	-0,05		70	
+ 30°C	111	200	-0,04		115	110
	200	220	+0,04		140	
	220	311	-0,04		90	
+ 100°C	111	200	-0,01		1000	
	200	220	0,00		∞	
	220	311	0,00		∞	

Auch in Silberfeilspänen wurden die Teilchengrössen und Gitterverzerrungen nach der WARREN-AVERBACH Methode bestimmt. Zur Korrektur der instrumentellen Verbreiterung wurden die entsprechenden Reflexionen von geglühtem Aluminiumpulver benutzt.

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ und μ_E sind als Funktionen von $E = md_{hk\ell}$ in Abb. 21 für Silberfeilspäne, die bei -140°C 5 Minuten angelassen wurden, aufgetragen. Zur Trennung von Teilchengrösse und Gitterverzerrungen wurden die (111)-(222) und (200) - (400) Reflexionspaare benutzt. In Abb. 22 sind die gemessenen Werte von $\langle D \rangle$ und $\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle^{1/2}$, sowie α^{-1} in Abhängigkeit der Anlasstemperatur aufgetragen. Die Teilchengrössen $\langle D_{111} \rangle$ und $\langle D_{100} \rangle$ sind auch in Ag überraschend klein und das Verhältnis $\langle D_{111} \rangle / \langle D_{100} \rangle$ ist etwa 1,7. Diese Ergebnisse deuten darauf hin, dass Stapelfehler auch in Silberfeilspänen vorhanden sind. Ausserdem erwiesen sich die Reflexionen als unsymmetrisch. Die aus dem Phasenwinkel μ_E der (2oo) Reflexionen für kleine Werte von E errechneten reziproken Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeiten β^{-1} sind ebenfalls in die Abb. 22 eingezeichnet. Der maximale Wert von β entspricht einem Auftreten von 1 Zwillingsstapelfehler nach jeweils 25 (111) Ebenen. Die Gitterverzerrungen $\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle_{100}^{1/2}$ sind grösser als die Werte $\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle_{111}^{1/2}$, was durch die elastische Anisotropie des Silbers bedingt ist.

Abb. 23 zeigt die gemessenen Teilchengrössen $\langle D_{111} \rangle$ und $\langle D_{100} \rangle$, die Gitterverzerrungen und die reziproken Stapelfehler-Wahrscheinlichkeiten α^{-1} und β^{-1} als eine Funktion der Anlasszeit für ein Anlassen bei Raumtemperatur. Auch hier ist das Verhältnis $\langle D_{111} \rangle / \langle D_{100} \rangle$ etwa 1,7. Selbst nach einer Anlasszeit von 18 Stunden bei Raumtemperatur messen wir eine ziemlich kleine Teilchengrösse, obwohl die Verformungsstapelfehler bereits verschwunden sind. Die Werte der gemessenen Teilchengrössen $\langle D_{111} \rangle$ und der nach Gleichung /61/ berechneten scheinbaren Teilchengrössen $\langle D_{s\,111} \rangle$ sind in der Tabelle 7 neben den gemessenen reziproken Wahrscheinlichkeiten α^{-1} und β^{-1} für Silberfeilspäne, die bei

Raumtemperatur angelassen und bei -160°C vermessen wurden, angegeben.

Tabelle 7:

Vergleich zwischen den gemessenen Teilchengrössen $\langle D_{111} \rangle$ und den berechneten, scheinbaren Teilchengrössen $\langle D_{s\ 111} \rangle$.

Anlasszeit in Minuten	α^{-1}	β^{-1}	$\langle D_{s\ 111} \rangle$	$\langle D_{111} \rangle$
4	100	24	170 A	160 A
8	100	24	170	160
20	200	22	200	170
60	1000	22	210	200
1000	∞	45	420	400

Infolge der geringen Genauigkeit in der Bestimmung der Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit β und der Möglichkeit, dass noch andere Ursachen zur Linienverbreiterung beitragen, sollte man der numerischen Übereinstimmung von $\langle D_{s\ 111} \rangle$ und $\langle D_{111} \rangle$ keine allzu grosse Bedeutung beimessen.

3.) Aluminium.

In der gleichen Weise wie in den oben beschriebenen Versuchen wurden Aluminiumfeilspäne von einem Reinheitsgrad 99,99 % unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei verschiedenen Temperaturen angelassen und bei -160°C vermessen. Die Debye-

Scherrer Linien von diesen Feilspänen zeigten keine Verschiebung und keine unsymmetrische Linienform. Die gemessenen Abstände zwischen benachbarten Reflexionen sind in Tabelle 8 zusammengestellt.

Tabelle 8:

Die gemessenen Linienabstände in $2\vartheta^{o}$ zwischen benachbarten Reflexionen von Aluminiumfeilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei verschiedenen Temperaturen angelassen und $-160^{o}C$ vermessen wurden.

Anlass-temperatur	(200)-(111)	(220)-(200)	(311)-(220)	(222)-(311)
$-150^{o}C$	7,47	27,05	17,05	5,65
- 75	7,47	-	-	-
+ 25	7,48	27,07	17,04	5,64
+ 440	7,48	27,06	17,06	5,64

Aus diesen Ergebnissen folgt, dass die Stapelfehlerdichte in Al sehr gering sein muss. Die Debye-Scherrer Linien waren allerdings stark verbreitert, so dass eine Fourier Analyse nach WARREN und AVERBACH für die einzelnen Reflexionen durchgeführt wurde.

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ sind für die Probe, die bei $-150^{o}C$ angelassen wurde, in Abb. 7 dargestellt. Die Kurven sind im Gegensatz zu Cu und Ag nach der Ordnung der Reflexionen (111), (200), (220), (311), (222) und (400) angeordnet. In Abb. 8 sind die Fourier Koeffizienten $|C_E|$ dieser Probe als Funktion der Ordnung $h^2 + k^2 + \ell^2 = \ell_1^2 (h_1^2 + k_1^2 + \ell_1^2)$ aufgetragen. Da Al elastisch

fast isotrop ist und auch keine Stapelfehler vorhanden sind, liegen alle Werte $|C_E|$ auf kontinuierlichen Kurven, die für $h^2 + k^2 + \ell^2 < 10$ durch Geraden angenähert werden können. Daraus folgt, dass die in Abschnitt IV, 5 gemachten Annahmen für die Trennung von Teilchengrösse und Gitterverzerrungen hinreichend gut erfüllt sind und die lineare Extrapolation der $C_E\,(h^2 + k^2 + \ell^2)$ - Kurven für kleine Werte von $h^2 + k^2 + \ell^2$ gerechtfertigt ist.

Die gemessenen isotropen Teilchengrössen $\langle D \rangle$ und die Gitterverzerrungen $\langle \varepsilon_{50}^2 \rangle^{1/2}$ sind in Abb. 24 in Abhängigkeit der Anlasstemperatur dargestellt. Die kleinste gemessene Teilchengrösse betrug 320 A für Feilspäne, die bei -150°C angelassen wurden. Nach einer Anlasszeit von 5 Minuten bei Raumtemperatur betrug die Teilchengrösse 650 A. Die Gitterverzerrungen nahmen sehr schnell mit steigender Temperatur ab und waren bei Raumtemperatur schon sehr klein.

VI. DISKUSSION DER VERSUCHSERGEBNISSE:

Diese Versuche haben gezeigt, dass Feilspäne von Cu, Ag und Al, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei -160°C vermessen wurden, stark verbreiterte Debye-Scherrer Linien aufweisen. Die Linien von Cu und Ag waren zusätzlich aus ihren ursprünglichen Lagen verschoben und besassen eine unsymmetrische Form. In Al-Feilspänen konnte keine Linienverschiebung und keine unsymmetrische Linienform beobachtet werden.

Die unsymmetrische Verbreiterung und die Verschiebung der Debye-Scherrer Linien von Kupfer- und Silberfeilspänen lässt

sich durch das Auftreten von Verformungs- und Zwillingsstapelfehlern in den (111) Ebenen dieser kubisch flächenzentrierten Metalle erklären. Wie wir im theoretischen Teil dieser Arbeit gezeigt haben, verursachen beide Arten von Stapelfehlern eine Verbreiterung der Röntgeninterferenzen. Die Verformungsstapelfehler verursachen zusätzlich eine Linienverschiebung, während die Zwillingsstapelfehler eine unsymmetrische Linienform hervorrufen. Dass ein Auftreten von Stapelfehlern energetisch möglich ist, wurde von SHOCKLEY (29) und später von SEEGER (15) gezeigt. Beide Autoren versuchten die Stapelfehlerenergien in reinen Metallen abzuschätzen, indem sie einen Einfluss der übernächsten Nachbarn in einer ABC-Schichtenfolge in Betracht zogen. Wie wir gesehen haben, stellt jede Folge von 3 Atomschichten, die nicht in der ABC oder CBA Folge angeordnet ist, eine Verletzung des Kristallaufbaues von kubisch flächenzentrierten Metallen dar. Nach Messungen von FULLMAN (30) beträgt die Energie einer kohärenten Zwillingsgrenze, die im kubisch flächenzentrierten Metall ein Zwillingsstapelfehler ist, etwa 20 erg/cm^2 in Cu, während in Al diese etwa 100 bis 200 erg/cm^2 ist. Da ein Verformungsstapelfehler in erster Näherung aus zwei Zwillingsgrenzen besteht, müsste für jenen die Energie etwa doppelt so gross sein.

Die experimentell gemessenen Verschiebungen der einzelnen Debye-Scherrer Linien sind in voller Übereinstimmung mit der Stapelfehler-Theorie. Eine Änderung der Gitterkonstanten würde ebenfalls eine Verschiebung der Röntgeninterferenzen zur Folge haben, die proportional tgϑ ist. In diesem Falle verschieben sich alle Linien entweder nach gröseerem oder kleinerem Reflexionswinkel ϑ°. Infolge einer plastischen Verformung können in Metallen Eigenspannungen (elastische Spannungen) entstehen,

die eine Gitterkonstantenänderung nach sich ziehen. In kubisch flächenzentrierten Metallen ist daher zu beachten, dass Linienverschiebungen durch elastische Spannungen und durch Stapelfehler verursacht sein können. In Feilspänen können elastische Spannungen, die nicht mit den oben erwähnten Gitterverzerrungen zu verwechseln sind, vernachlässigt werden.

Die maximale Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit in Kupferfeilspänen betrug nach einem Anlassen bei -140°C etwa $\alpha = 0,013$, was im Mittel einem Auftreten von 1 Stapelfehler nach jeweils 80 (111) Ebenen entspricht. Die Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit war in dem gleichen Material etwa doppelt so gross, nämlich $\beta = 0,028$, was 1 Fehler nach jeweils 35 (111) Ebenen entspricht. In Silber waren die gemessenen Stapelfehlerdichten nach einem Anlassen bei -150°C etwas grösser und zwar betrugen $\alpha = 0,017$ und $\beta = 0,040$, was 1 Fehler nach jeweils 60 bzw. 25 (111) Ebenen entspricht.

Die nach der WARREN-AVERBACH Methode bestimmten Teilgrössen in Cu und Ag sind überraschend klein und besitzen eine charakteristische Gestalt, die durch die kristallographische Orientierung festgelegt ist. So betragen die minimalen Teilchengrössen in der [111] Richtung etwa 150 A und in der [100] Richtung etwa 90 A, während in Ag etwa 100 bzw. 5o A gemessen wurde. Diese sehr kleinen Teilchengrössen, die von der kristallographischen Orientierung abhängen, können in Cu und Ag zwangslos durch das Auftreten von Stapelfehlern erklärt werden. Es zeigt sich, dass die nach Gleichung /61/ aus α und β berechneten scheinbaren Teilchengrössen $\langle D_s \rangle$ sehr gut mit den effektiv gemessenen $\langle D \rangle$ übereinstimmen. In Aluminiumfeilspänen wurde ebenfalls eine sehr kleine Teilchen-

grösse ermittelt, die von den kristallographischen Orientierungen unabhängig ist. Die kleinste Teilchengrösse $\langle D \rangle$ betrug etwa 300 A. Dieses kleine $\langle D \rangle$ kann nur durch eine Substruktur in den Al-Kristallen und nicht durch Fragmentation erklärt werden. Sehr wahrscheinlich tritt selbst bei tiefen Temperaturen eine systematische Anordnung der Versetzungen in Kleinwinkel-Korngrenzen auf, die für Röntgenstrahlen inkohärente Bereiche abgrenzen.

Die Erholung der Stapelfehler und damit die Vergrösserung der kohärent streuenden Bereiche in Cu und Ag erfolgt zwischen $0^{\circ}C$ und $100^{\circ}C$. Die Erholungsversuche bei Raumtemperatur, die für Cu und Ag in Abhängigkeit der Anlasszeit durchgeführt wurden, geben sehr interessante Aufschlüsse über den Erholungsmechanismus. Betrachten wir die Versuchsergebnisse von Silber (Abb.23). Die Linienverschiebung verschwand in einem Zeitintervall von einer Stunde, woraus zu schliessen ist, dass die Verformungsstapelfehler, die wahllos zerstreut im Metall auftreten, sich sehr schnell erholen. Die reziproke Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeiten, d.h. die mittleren Abstände zwischen zwei Zwillingsstapelfehlern, nehmen mit der Anlasszeit nur sehr langsam zu, was auch für die Teilchengrössen gilt. Daraus folgt, dass die Zwillingsstapelfehler ziemlich stabil sind. Die nach längeren Anlasszeiten gemessenen kleinen Teilchengrössen sind demnach eine Folge der Zwillingsstapelfehler. Für Cu gelten die gleichen Folgerungen.

Die verhältnismässig schnelle Erholung der Verformungsstapelfehler bei Raumtemperatur kann daher die Versuchsergebnisse von SCHOENING und VAN NIEKERK für Silber erklären. Eine Erholung der Silberfeilspäne innerhalb einer Stunde bei $+25^{\circ}C$

war ausreichend, die Verformungsstapelfehler zu beseitigen, so dass keine systematische Linienverschiebung beobachtet werden konnte. Die kleinen Teilchengrössen von 150 bis 200 A, die diese Autoren gemessen haben, waren möglicherweise eine Folge der Zwillingsstapelfehler und einer zusätzlichen Substruktur in den Kristallen. Auch die geringere Verformungsstapelfehlerdichte in O.F.H.C. Kupfer, die von GREENOUGH und SMITH (11) gemessen wurde, ist eine Folge der Erholung von Cu bei Raumtemperatur.

Es erhebt sich nun die Frage, wie die Stapelfehler entstanden sind. Betrachten wir zuerst die Verformungsstapelfehler. Aus ihrer Definition folgt, dass sie durch unvollständige Gleitung auf den (111) Ebenen entstehen können. Nach Messungen von HIRSCH, KELLY und MENTER (13) an Goldfolien, erstreckt sich ein Stapelfehler nach beendeter Verformung über die gesamte (111) Ebene des Kristallbereiches. Endet er im Innern eines Kristalls, was etwa während der Verformung möglich ist, so bildet seine Begrenzung eine SHOCKLEY'sche unvollständige Versetzung. Nehmen wir an, dass die $[\bar{1}10]$ Gleitung auf den (111) Ebenen in einem Zickzackweg erfolgt, der von einer Reihe von Verschiebungen der unvollständigen Versetzungen herrührt, so ergibt eine gerade Anzahl von Verschiebungen einen fehlerfreien Kristall, während eine ungerade Anzahl von Verschiebungen zu einem Verformungsstapelfehler führt. Ist nun die Wahrscheinlichkeit, dass ein fehlerfreier Kristall während des Gleitprozesses hervorgeht, zumindest gleich der Wahrscheinlichkeit, dass ein Stapelfehler entsteht, so müsste eine Gleitung auf mindestens zweimal so viel (111) Ebenen erfolgt sein, wie Stapelfehlerebenen auftreten. Daraus folgt, dass in Cu-Feilspänen Gleitung mindestens alle 40 (111) Ebenen erfolgt sein sollte.

Nach Definition bildet der Zwillingsstapelfehler die Grenzschicht zwischen einer kubisch flächenzentrierten ABC Schichtenfolge und ihrem Spiegelbild CBA. Zwillinge können leicht durch Wachstum entstehen, da beide Schichtenfolgen das kubisch flächenzentrierte Gitter gleich gut beschreiben und die Grenzschicht nur einen Fehler im Wachstum ausmacht. Ein Verformungsstapelfehler stellt daher zwei aufeinanderfolgende Zwillingsstapelfehler dar. Umgekehrt kann man den Zwilling, der aus N (111) Schichten besteht, durch Verformung erzeugen, indem N Verformungsstapelfehler nacheinander auftreten. Endet ein solcher Zwilling im Innern eines Kristalls, so bildet seine Begrenzungslinie eine nichtkohärente Zwillingsgrenze, die von FRANK und VAN DER MERWE (31) unvollständige Zwillingsversetzung genannt wurde. COTTRELL und BILBY (32) konnten zeigen, wie durch Rotation von Zwillingsversetzungen ein Zwilling in dem Kristallbereich wachsen kann. Es ist daher möglich, dass während der Kaltverformung bei tiefen Temperaturen Zwillinge von verschiedener Grösse erzeugt werden.

Zwillinge, die aus N aufeinanderfolgenden Verformungsstapelfehlern aufgebaut sind, stellen die stärkste Anhäufung von Verformungsstapelfehlern dar. In diesem Falle wäre $\alpha \# 1$. In der Theorie der Stapelfehler wurde aber $\alpha \ll 1$ angenommen. Dagegen führten wir die Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit $\beta \ll 1$ ein, die somit auch eine Anhäufung von Verformungsstapelfehlern hinreichend gut beschreibt.

Dass Anhäufungen von Verformungsstapelfehlern und Verformungszwillinge in kaltverformten Goldfolien auftreten, wurde, wie bereits in der Einleitung erwähnt, von HIRSCH, KELLY und MENTER nachgewiesen

DIEHL, MADER und SEEGER (33) konnten durch elektronenmikroskopische Untersuchungen der Gleitlinien in kaltverformten Kupfereinkristallen zeigen, dass bei tiefen Temperaturen und geringerer Verformung die Gleitlinien willkürlich verteilt auftreten. Bei stärkerer Verformung oder höheren Temperaturen treten dagegen Gleitbänder auf und die feinverteilten Gleitlinien verschwinden allmählich. BLEWITT, COLTMAN und REDMAN (34) fanden in ähnlichen Untersuchungen an Kupfereinkristallen, dass ihre Versuchsergebnisse bei tiefen Temperaturen auf eine mögliche Bildung von Verformungszwillingen hinweisen. BLOCK, COHEN und BEVER (35) folgerten aus ihren Zerreissversuchen und mikroskopischen Beobachtungen, dass auch Zwillinge möglicherweise in Au-Ag Legierungen infolge einer Kaltbearbeitung bei tiefen Temperaturen auftreten.

Diese Messergebnisse sind daher in voller Übereinstimmung mit den röntgenographischen Befunden an Kupfer und Silber. Da Gleitbänder und Gleitlinien auftreten, müssten auch die Verformungsstapelfehler gehäuft und wahllos verteilt vorhanden sein. Eine starke Anhäufung von Verformungsstapelfehlern wird im Röntgenbild wie ein unvollkommener Zwilling erscheinen. Es ist aber auch möglich, dass Verformungszwillinge bei den tiefen Temperaturen entstehen, die mit Verformungsstapelfehlern durchsetzt sind. Beide Arten von Zwillingen stellen für die Röntgenstrahlen eine ähnliche Anordnung dar.

Die Versuche an den Messingfeilspänen haben gezeigt, dass durch die Kaltbearbeitung unter flüssigem Stickstoff die Stapelfehlerdichte beträchtlich vergrössert werden konnte. Die gemessenen effektiven Teilchengrössen sind etwa halb so gross wie die von WARREN und WAREKOIS (9) bestimmten Grössen, während die Gitterverzerrungen

in beiden Fällen etwa gleich gross sind. Die Verbreiterung und Verschiebung der Röntgeninterferenzen von Ms 90, das bei -196°C gefeilt und bei Raumtemperatur vermessen wurde, sind mit jenen von Ms 70, das bei Raumtemperatur gefeilt und vermessen wurde, vergleichbar. Ausserdem zeigten alle Messinginterferenzlinien ebenfalls eine unsymmetrische Linienform, was auch hier eine Folge von Zwillingsstapelfehlern war. Die Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α nimmt mit steigendem Zinkgehalt zu. Trägt man α^{-1} als Funktion des Zinkgehaltes auf (Abb. 18), so ergibt sich eine Gerade mit negativer Neigung, die parallel zu der von WARREN und WAREKOIS bestimmten Geraden verläuft. Die reziproke Zwillingsstapelfehlerdichte β^{-1} nimmt ebenfalls mit steigendem Zinkgehalt ab. Daraus folgt, dass ein Einfluss des Zinkgehaltes auf die Stapelfehlerdichte vorhanden ist. Allerdings hängen α und β nicht nur vom Zinkgehalt ab, sondern auch von dem Betrag der Kaltbearbeitung, der in die Probe hineingebracht und darin aufrechterhalten werden kann.

Die Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit β ist auch in Messing etwa doppelt so gross wie die Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α. Da nun ein Zwilling zwei Grenzschichten, die die Zwillingsgrenzen oder Zwillingsstapelfehler sind, besitzt, ist die Zahl der Zwillinge halb so gross wie die Anzahl der Zwillingsstapelfehler. Daher können wir sagen, dass in erster Näherung die Anzahl der unvollkommenen Zwillinge in den Feilspänen etwa gleich der Anzahl der Verformungsstapelfehler ist. Würden wir annehmen, dass die Zwillinge nur aus einer Gitterzelle bestehen, was einem "extrinsic stacking fault" entspricht, so könnten wir schliessen, dass die Anzahl der "extrinsic" und der "intrinsic stacking faults" in einem kaltverformten Material etwa gleich gross ist.

Die Stapelfehler sind für die Verfestigung von kubisch flächenzentrierten Metallen von Bedeutung. Betrachten wir einen Stapelfehler, der sich über die gesamte (111) Ebene des Kristall erstreckt, und nehmen wir an, dass eine Gleitung auf einer (111) Ebenen auftritt, die den Stapelfehler schneidet. Falls der Gleitvektor und der Stapelfehler nicht parallel zueinander sind, schneidet die Gleitebene den Stapelfehler in zwei Teile, die dann parallel zum Gleitvektor verschoben werden. Jeder dieser beiden Teile stellt eine Grenze innerhalb des Kristalls dar und bildet somit eine unvollständige Versetzung. Die Gleitung, die den Stapelfehler schneidet, muss Energie zur Bildung der unvollständigen Versetzung benötigen. Somit stellt der Stapelfehler ein Hindernis für die Gleitung dar.

Wie WARREN und WAREKOIS gezeigt haben, ist das Produkt aus Teilchengrösse und Gitterverzerrungen etwa 1 A. Dieser Wert ist von der Grössenordnung einer Atomdimension oder einer Verschiebung einer unvollständigen Versetzung. Diese empirische Beziehung kann durch die Annahme, dass Stapelfehler auf mehr als 1 (111) Netzebenenschar auftreten, erklärt werden. Wenn sich zwei Stapelfehlerebenen schneiden, dann entsteht eine Verzerrung von etwa 1,5 A. Enthält ein kaltverformtes, kubisch flächenzentriertes Metall mehrere sich schneidende Stapelfehlerebenen, so wird es eine Spannungsverfestigung zeigen, die sehr stark einer Verfestigung nach der TAYLOR Theorie (36) ähnelt, worauf OROWAN (37) bereits hingewiesen hat.

VII. ZUSAMMENFASSUNG.

Durch eine plastische Verformung ist eine Bildung von Stapelfehlern (stacking faults) auf den (111) Ebenen von kubisch flächenzentrierten Metallen möglich. Da diese Stapelfehler eine Störung des regelmässigen Kristallaufbaues verursachen, lassen sie sich mit Hilfe von Röntgenbeugungsaufnahmen nachweisen.

Der Einfluss der Stapelfehler auf die Röntgeninterferenzen wurde für den Fall berechnet, dass Verformungsstapelfehler und Zwillingsstapelfehler gleichzeitig, unabhängig und nur auf einer der 4 möglichen (111) Netzebenenscharen auftreten. Beide Arten von Stapelfehlern beeinflussen nur die (hkℓ) Reflexionen, für die $h+k+\ell = 3p \pm 1$ ist, wobei p ganzzahlig ist. Sie bewirken in diesem Falle:

1.) eine Verbreiterung der (hkℓ) Reflexionen,
2.) eine Verschiebung der Interferenzmaxima, was in erster Näherung durch Verformungsstapelfehler verursacht wird, und
3.) eine unsymmetrische Intensitätsverteilung der Reflexionen, was durch Zwillingsstapelfehler bedingt ist.

Die Debye-Scherrer Linien von polykristallinem Material sind aus mehreren (hkℓ) Einkristallreflexionen entsprechend ihrer Flächenhäufigkeit zusammengesetzt, die durch Stapelfehler beeinflusst sein können oder nicht, je nachdem $h+k+\ell = 3p \pm 1$ oder $h+k+\ell = 3p$ ist. Gleichungen zur Berechnung der Wahrscheinlichkeiten, dass zwischen benachbarten (111) Ebenen ein Stapelfehler auftritt, aus der unsymmetrischen Verbreiterung und Verschiebung der einzelnen Debye-Scherrer Linien von kubisch flächenzentrierten Metallen wurden angegeben.

Feilspäne von Kupfer und Silber, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei -160°C mit einem Norelco Diffraktometer vermessen wurden, zeigten eine starke Verbreiterung der Debye-Scherrer Linien, die ausserdem aus ihren ursprünglichen Lagen verschoben waren und eine unsymmetrische Intensitätsverteilung aufwiesen. Diese Effekte lassen sich durch das Auftreten von Verformungs- und Zwillingsstapelfehlern auf den (111) Ebenen erklären. Aus der Linienverschiebung wurde die mittlere Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α berechnet, während aus der unsymmetrischen Linienform eine mittlere Häufigkeit des Auftretens der Zillingsstapelfehler (gegeben durch β) ermittelt werden konnte. Die maximale Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit α in Cu entsprach einem Auftreten von 1 Fehler nach jeweils 80 (111) Ebenen und in Ag 1 Fehler nach jeweils 60 (111) Ebenen, während die Zwillingsstapelfehlerdichten etwa doppelt so gross waren, nämlich 1 Fehler nach jeweils 35 (111) Ebenen in Cu und 1 Fehler nach jeweils 25 (111) Ebenen in Ag. Die Stapelfehler erholten sich in einem Temperaturbereich von 0°C bis 100°C. Die Anlassversuche bei Raumtemperatur in Abhängigkeit der Anlasszeit zeigten, dass die Verformungsstapelfehler relativ schnell nach etwa 1 bis 5 Stunden beseitigt werden, während die Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit β nur langsam abnahm.

Die nach der WARREN-AVERBACH Methode bestimmten Teilchengrössen sind in Cu- und Ag-Feilspänen überraschend klein (von der Grössenordnung 100 A) und von der kristallographischen Orientierung abhängig. Diese kleinen , in ihren Formen anisotropen Teilchengrössen sind eine Folge der Stapelfehler in diesen Metallen, wie ein Vergleich mit den aus den Stapelfehler-Wahrscheinlichkeiten berechneten Teilchengrössen zeigt.

In Aluminiumfeilspänen, die ebenfalls unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei -160°C vermessen wurden, konnte eine relativ kleine Teilchengrösse (von 300 A bis 600 A) gemessen werden, die von der kristallographischen Orientierung unabhängig ist. Da keine Linienverschiebung und unsymmetrische Linienform der Reflexionen beobachtet wurde, können wir folgern, dass in Al keine oder nur sehr wenige Stapelfehler vorhanden sind. Die kleinen, gemessenen Teilchengrössen können nur durch eine Substruktur der Kristalle verursacht worden sein.

Messingfeilspäne von der Zusammensetzung 90, 80, 70 und 65 % Cu (Rest Zn), die unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei Raumtemperatur mit gefilterter Co-Kα-Strahlung und mit monochromatischer Cu-Kα-Strahlung vermessen wurden, zeigten ebenfalls eine unsymmetrische Verbreiterung der Debye-Scherrer Linien und eine grössere Linienverschiebung als die von WARREN und WAREKOIS (9) bei Raumtemperatur hergestellten Messingfeilspäne von gleicher Zusammensetzung. Aus diesen Versuchen folgt, dass die Stapelfehlerdichte in α-Messing durch die Kaltbearbeitung unter flüssigem Stickstoff erhöht werden konnte. Die gemessenen Verformungsstapelfehler-Wahrscheinlichkeiten α und Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeiten β nehmen mit steigendem Zinkgehalt zu, was darauf hindeutet, dass ein Einfluss des Zinkgehaltes auf die Stapelfehlerenergien in Messing vorhanden ist.

Die Entstehung der Verformungsstapelfehler lässt sich durch unvollständige Gleitung infolge der Halbversetzungen (unvollständigen Versetzungen) auf den (111) Ebenen erklären. Die Zwillingsstapelfehler stellen eine kohärente Zwillingsgrenze dar. Die Entstehung der Zwillinge ist möglicherweise auf eine Anhäufung von Verformungsstapelfehlern zurückzuführen.

VIII. LITERATURVERZEICHNIS:

(1) A.R. STOKES: Proc. Phys. Soc. 61, 382, (1948).

(2) G.W. BRINDLEY: Proc. Phys. Soc. 52, 117, (1940).

(3) W.A. WOOD: Proc. Roy. Soc. A 172, 231, (1939).

(4) U. DEHLINGER und A. KOCHENDÖRFER: Z. Metallk., 39, 231 (1939).

(5) J.W. HALL: J. Inst. Met. 75, 1127, (1950).

(6) B.E. WARREN und B.L. AVERBACH: J. Appl. Phys. 21, 595, (1950).

(7) C.S. BARRETT: Imperfection in Nearly Perfect Crystals, John Wiley and Sons, Inc. New York, (1952).

(8) M.S. PATERSON: J. Appl. Phys. 23, 805, (1952).

(9) B.E. WARREN und E.P. WAREKOIS: Acta Met. 3, 473, (1955).

(10) C.S. BARRETT: Trans. AIME J. Met. 188, 123, (1950).

(11) G.B. GREENOUGH und E.M. SMITH: Proc. Phys. Soc. B 68, 51, (1955).

(12) F.R.L. SCHOENING und J.N. VAN NIEKERK: Acta Met. 3, 10, (1955).

(13) P.B. HIRSCH, A. KELLY und J.W. MENTER: Proc. Phys. Soc. B 68, 1132, (1955).

(14) P.B. HIRSCH: persönliche Mitteilung.

(15) A. SEEGER: Defects in Crystalline Solides (Bristol Conference) Phys. Soc. London (1955).

(16) R. GEVERS : Acta Cryst. 7, 337, (1954).

(17) M.F. BERTAUT: Comptes Rendues, 228, 492, (1949).

(18) D.R. CHIPMAN: Rev. Sci. Instr. 27, 164, (1956).

(19) A. PAPOULIS: Rev. Sci. Instr. 26, 423, (1955).

(20) H. LIPSON und C.A. BEEVERS: Proc. Phys. Soc. 48, 772, (1936).

(21) B.E. WARREN: Acta Cryst. 9, 483, (1956).

(22) B.E. WARREN und B.L. AVERBACH: J. Appl. Phys. 23, 497, (1952).

(23) M. MCKEEHAN und B.E. WARREN: J. Appl. Phys. 24, 52, (1953).

(24) J.N. EASTABROOK und A.J.C. WILSON: Proc. Phys. Soc. B 65, 67, (1952).

(25) R.I. GARROD und J.H. AULD: Acta Met. 3, 190, (1955).

(26) V. HAUK und C. HUMMEL: Z. Metallk. 47, 254, (1956).

(27) W. VOIGT: Lehrbuch der Kristallphysik, Nachdruck der 3. Auflage, Leipzig, (1928).

(28) A. REUSS: Z. Angew. Math. und Mech. 9, 55, (1929).

(29) W. SHOCKLEY: Dislocation in Crystals by W.T. READ Jr., McGraw Hill Book Co., New York, (1953).

(30) R.L. FULLMAN: J. Appl. Phys. 22, 448, (1951).

(31) F.C. FRANK und J.H. VAN DER MERWE: Proc. Roy. Soc. A 198, 205, (1949).

(32) A.H. COTTRELL und B.A. BILBY: Phil. Mag. 42, 573, (1951).

(33) J. DIEHL, S. MADER und A. SEEGER: Z. Metallk., 46, 650 (1955).

(34) T.H. BLEWITT, R.R. COLTMAN und J.K. REDMAN: Defects in Cristalline Solides (Bristol Conference 1954) Phys. Soc., London, (1955).

(35) BLOCK, J.B. COHEN und M.B. BEVER: pers. Mitteilung.

(36) G.I. TAYLOR: Proc. Roy. Soc., A 145, 362 und 388, (1934).

(37) E. OROWAN: Dislocation in Metals, AIME Monograph (1953).

IX. ABBILDUNGEN:

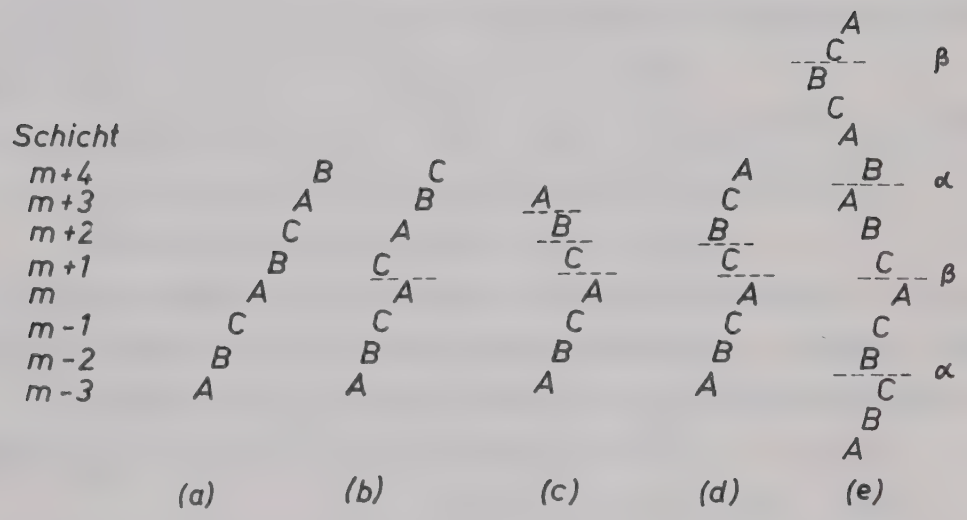

Abb. 1

Schichtenfolge bei dichtester Packung.

(a) Normale, kubisch flächenzentrierte Schichtenfolge,

(b) Verformungsstapelfehler ("intrinsic stacking fault"),

(c) Zwillingsstapelfehler,

(d) "extrinsic stacking fault",

(e) Verformungs- und Zwillingsstapelfehler in einer kubisch flächenzentrierten Schichtenfolge.
α gibt die Wahrscheinlichkeit an, dass ein Verformungsstapelfehler zwischen benachbarten (111) Ebenen auftritt. β gibt die entsprechende Zwillingsstapelfehler-Wahrscheinlichkeit an.

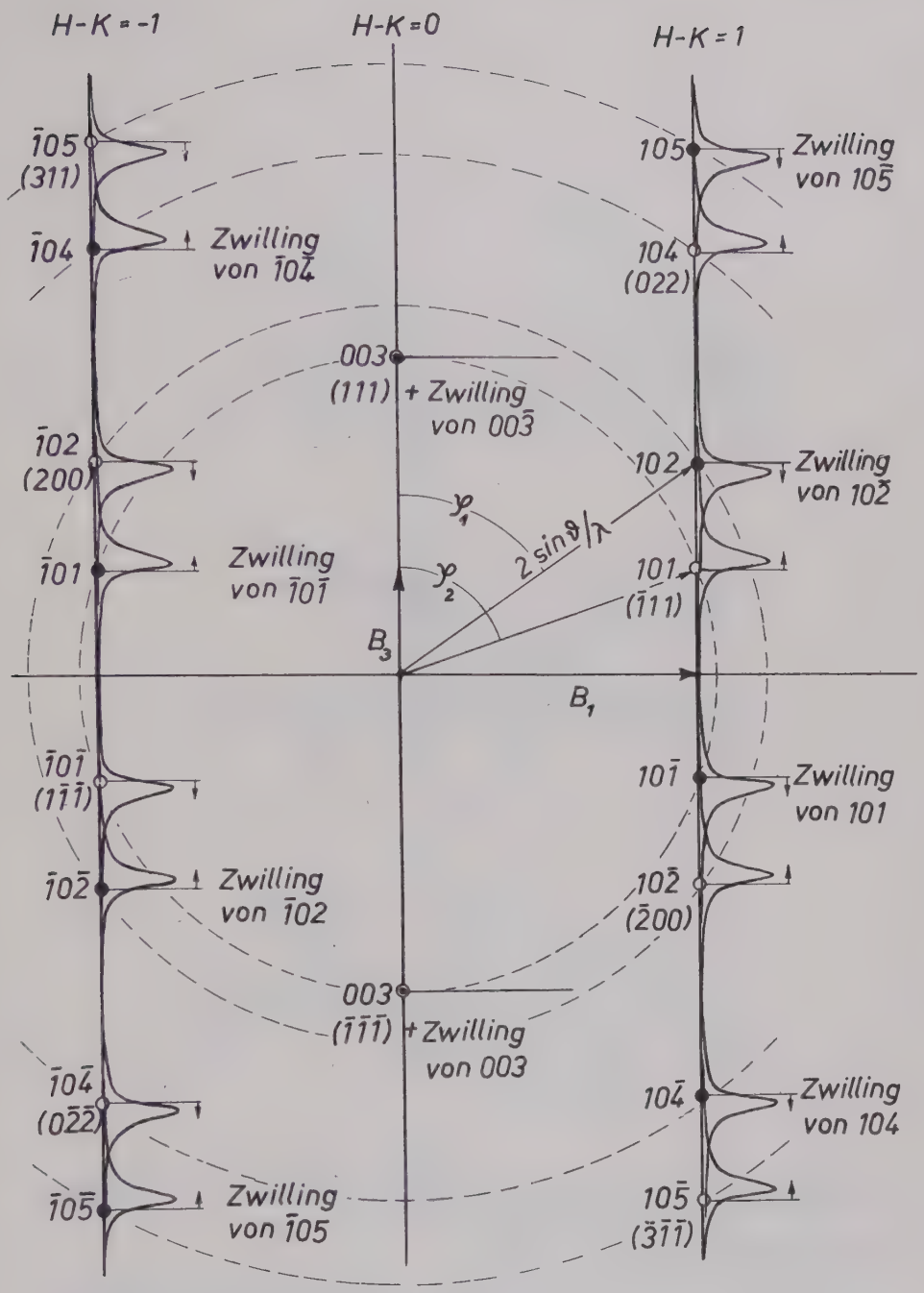

Abb. 2

$\vec{B}_1\vec{B}_3$-Ebene des reziproken Gitters eines kubisch flächenzentrierten Einkristalles, der in hexagonalen Koordinaten und Indizes (HKL) beschrieben ist und der Verformungs- und Zwillingsstapelfehler enthält. o Reflexionen der ABC-Folge, • Reflexionen der Zwillingsfolge CBA. Ohne Klammern: hexagonale Indizes HKL; mit Klammern: kubische Indizes (hkℓ).

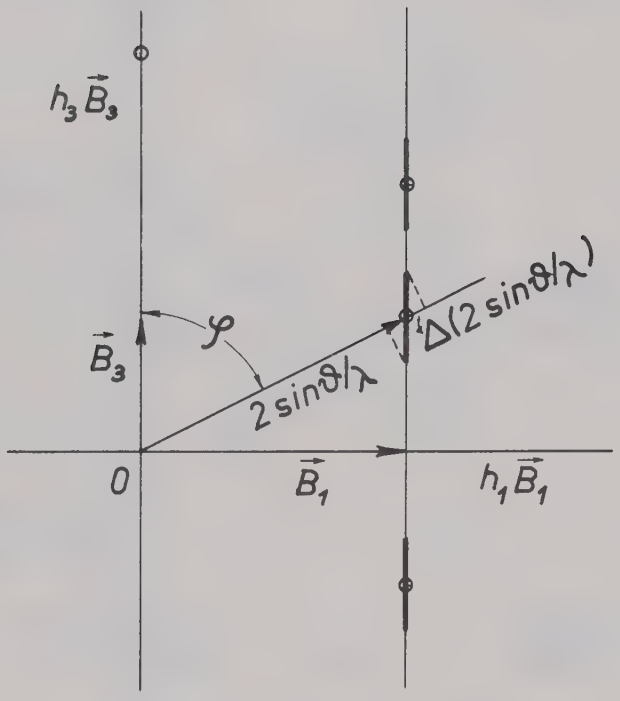

Abb. 3

Darstellung des Diffraktionsvektors $\frac{|\vec{S} - \vec{S}_o|}{\lambda} = \frac{2\sin\vartheta}{\lambda}$ im reziproken Gitter $\vec{B}_1\vec{B}_3$.

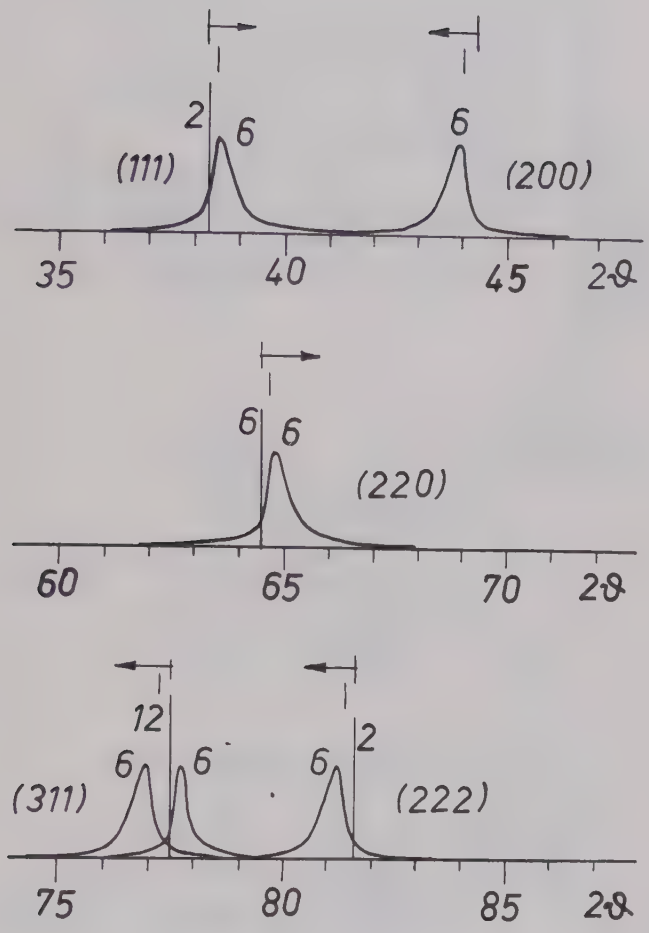

Abb. 4

Linienverschiebung und unsymmetrische Linienverbreiterung eines polykristallinen, kubisch flächenzentrierten Metalles infolge von Stapelfehlern.

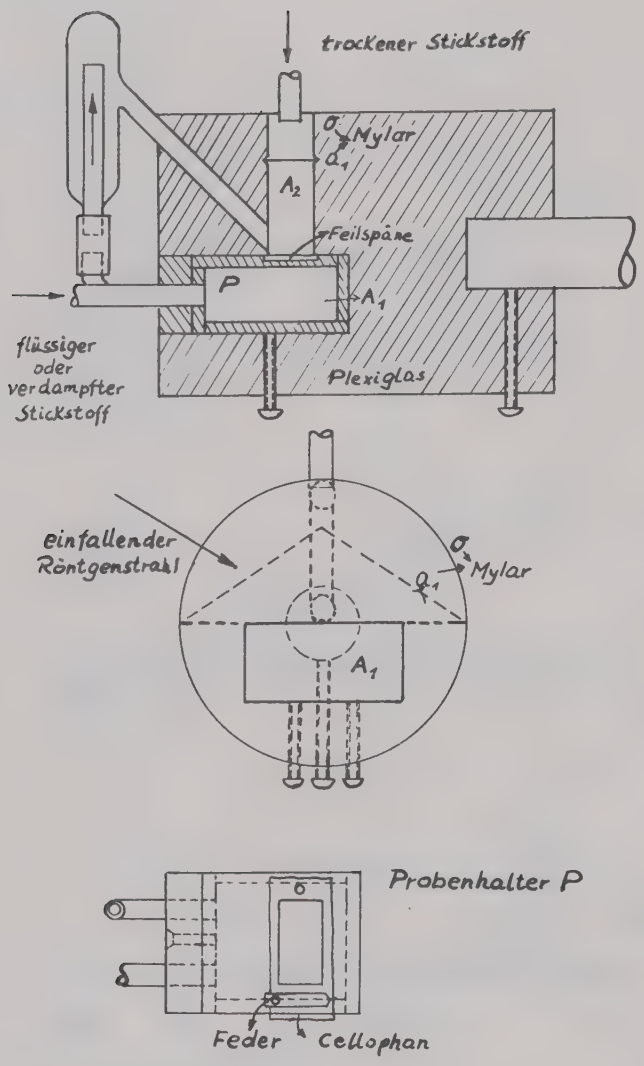

Abb. 5

Tieftemperatur-Zusatzgerät für den Norelco Diffraktometer.

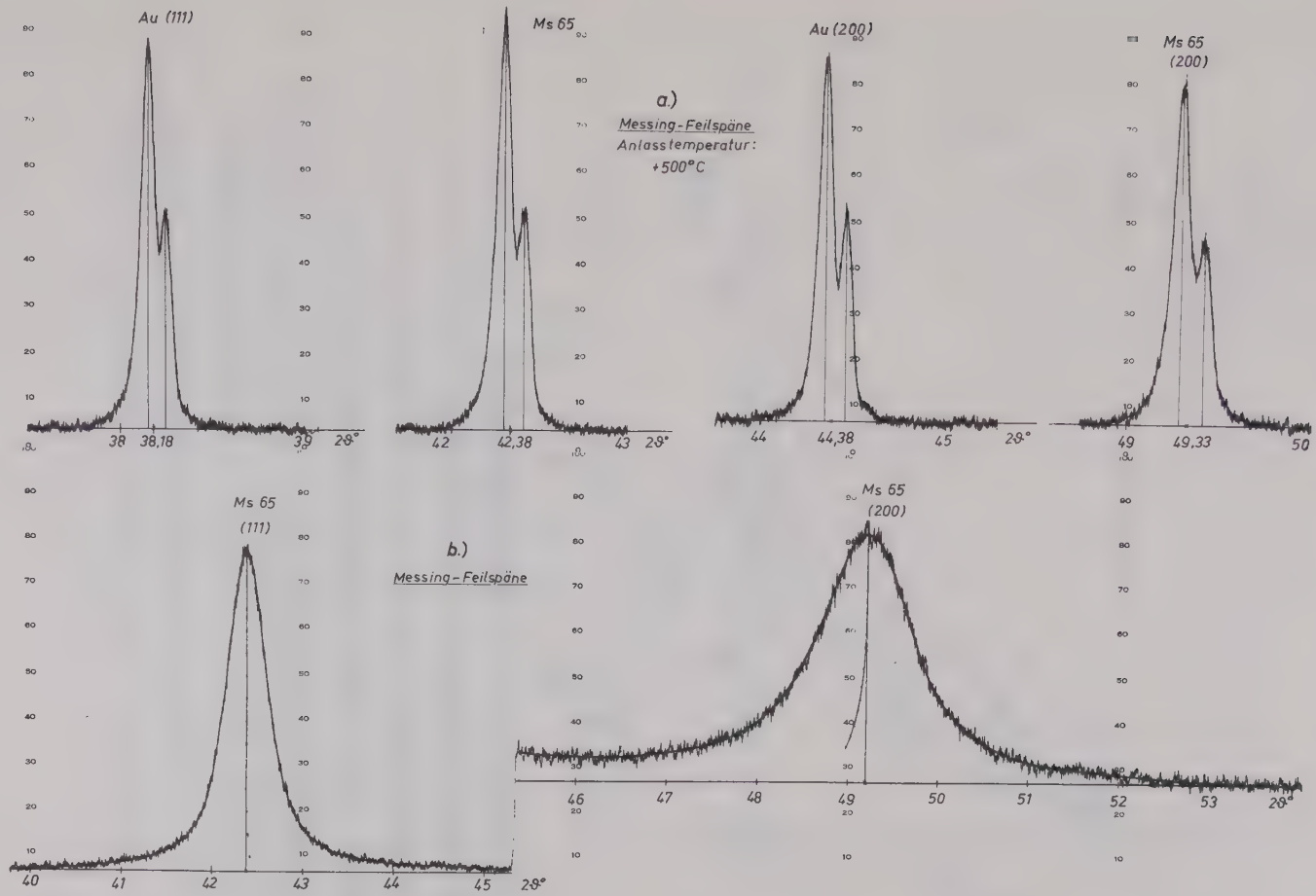

Abb. 6 Aussehen der Interferenzlinien eines kubisch flächenzentrierten Metalles. a.) (111) und (200) Reflexionen von Ms 65 -Feilspänen, die 1 Stunde bei 500°C geglüht wurden. Zum Vergleich sind die (111) und (200) Reflexionen Au -Pulver angegeben. b.) Ms 65-Feilspäne, bei Raumtemperatur hergestellt.

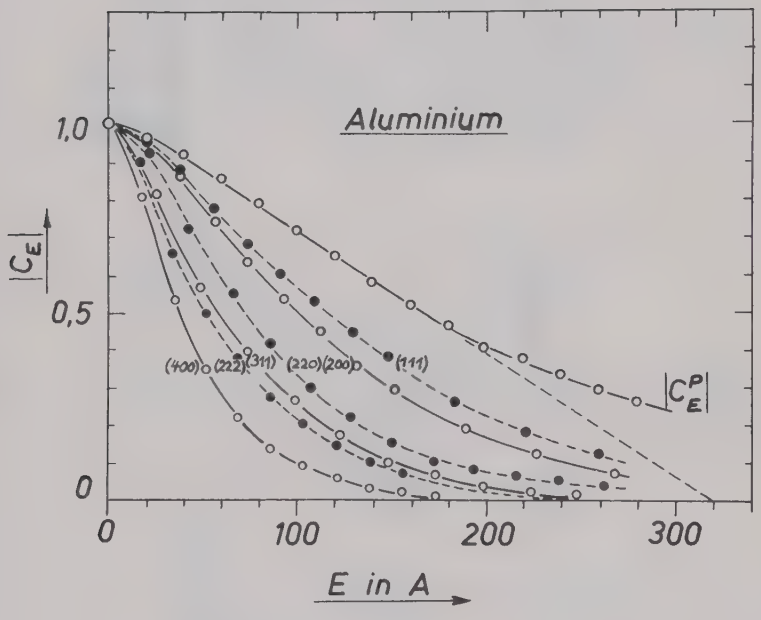

Abb. 7

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ von Aluminiumfeilspänen in Abhängigkeit von E. Die Feilspäne wurden unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei -150°C 5 Minuten angelassen und bei -160°C vermessen.

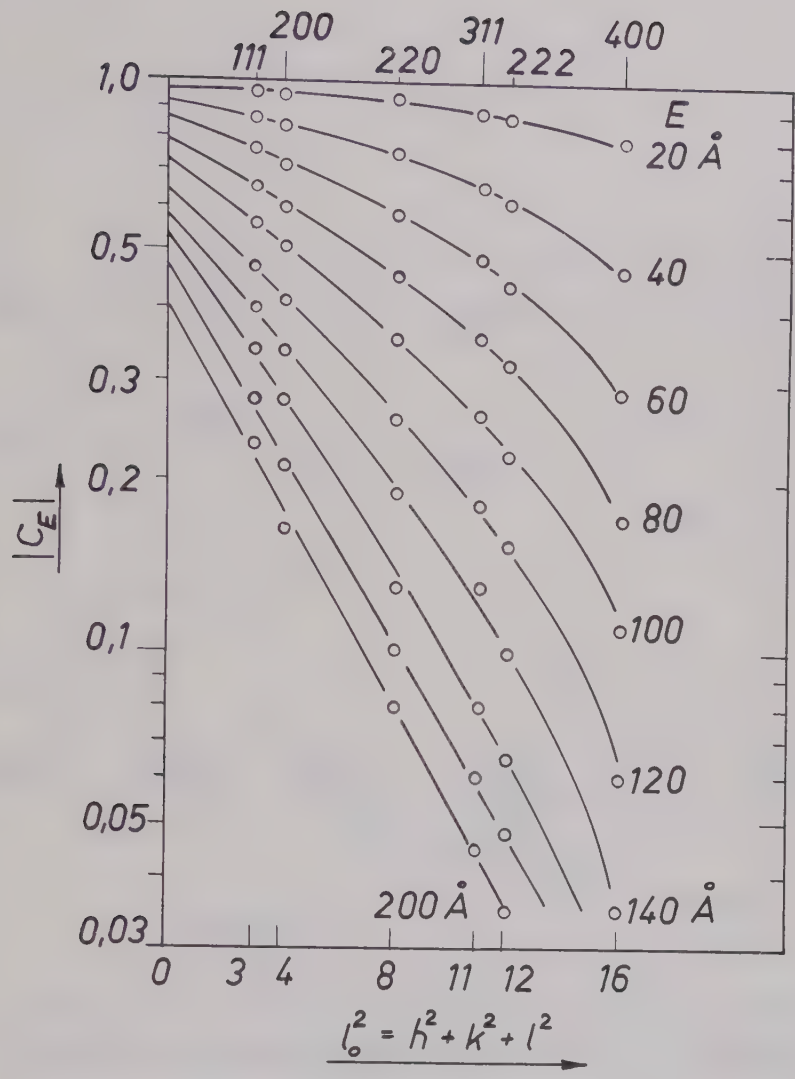

Abb. 8

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ von Aluminiumfeilspänen als Funktion von $h^2 + k^2 + \ell^2$. Die Feilspäne wurden unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei -150°C 5 Minuten angelassen und bei -160°C vermessen.

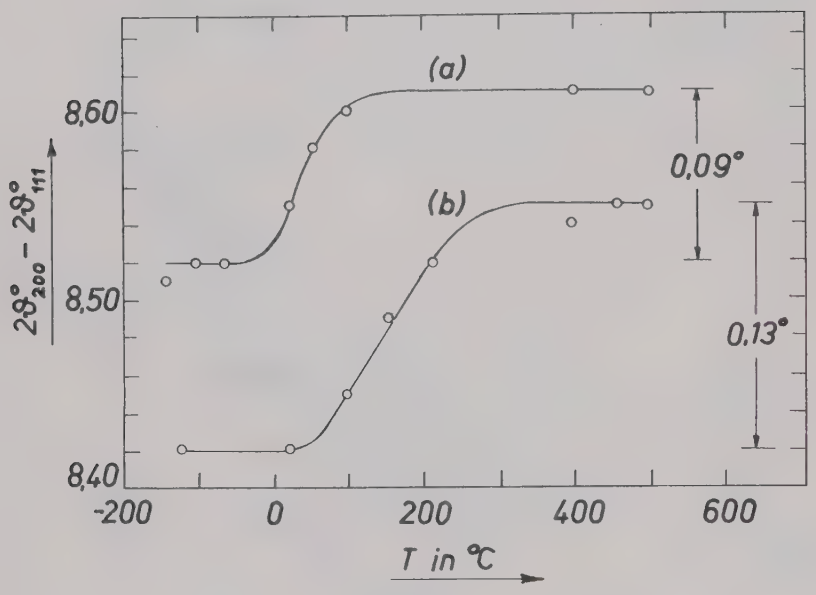

Abb. 9

Die $2\vartheta^\circ$ Abstände zwischen den (111) und den (200) Reflexionen von (a) O.F.H.C. Kupfer und (b) Ms 90 als Funktion der Anlasstemperatur T.
Die Werte entsprechen Feilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei den angegebenen Temperaturen angelassen und bei -160°C vermessen wurden.
Die Anlasszeit der Cu-Feilspäne betrug 5 Minuten und die der Ms 90-Feilspäne etwa 30 Minuten.

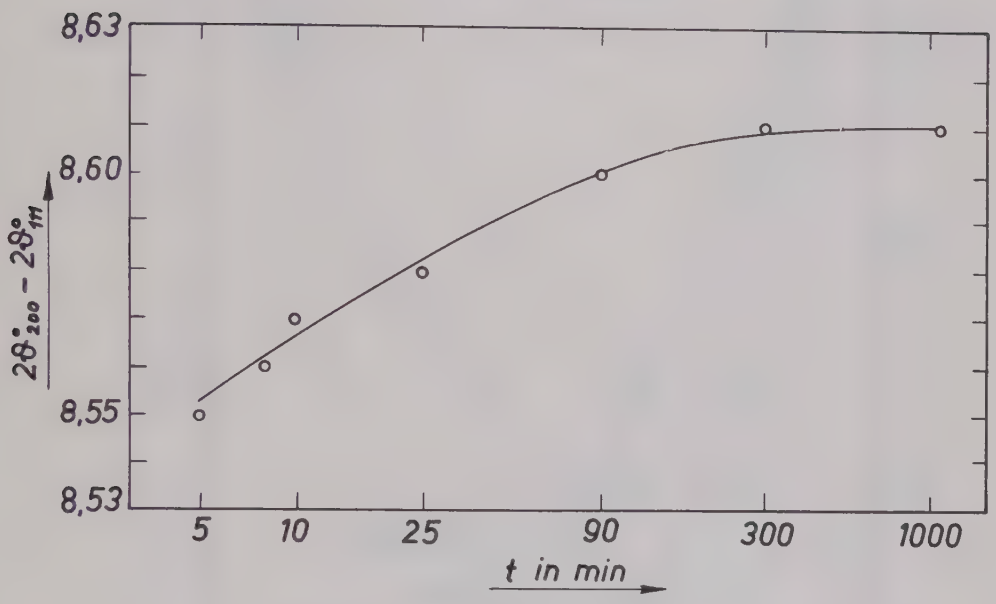

Abb. 10

Die $2\vartheta^\circ$ Abstände zwischen den (111) und (200) Reflexionen von Kupfer als Funktion der Anlasszeit t.
Die Werte entsprechen Feilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei Raumtemperatur angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

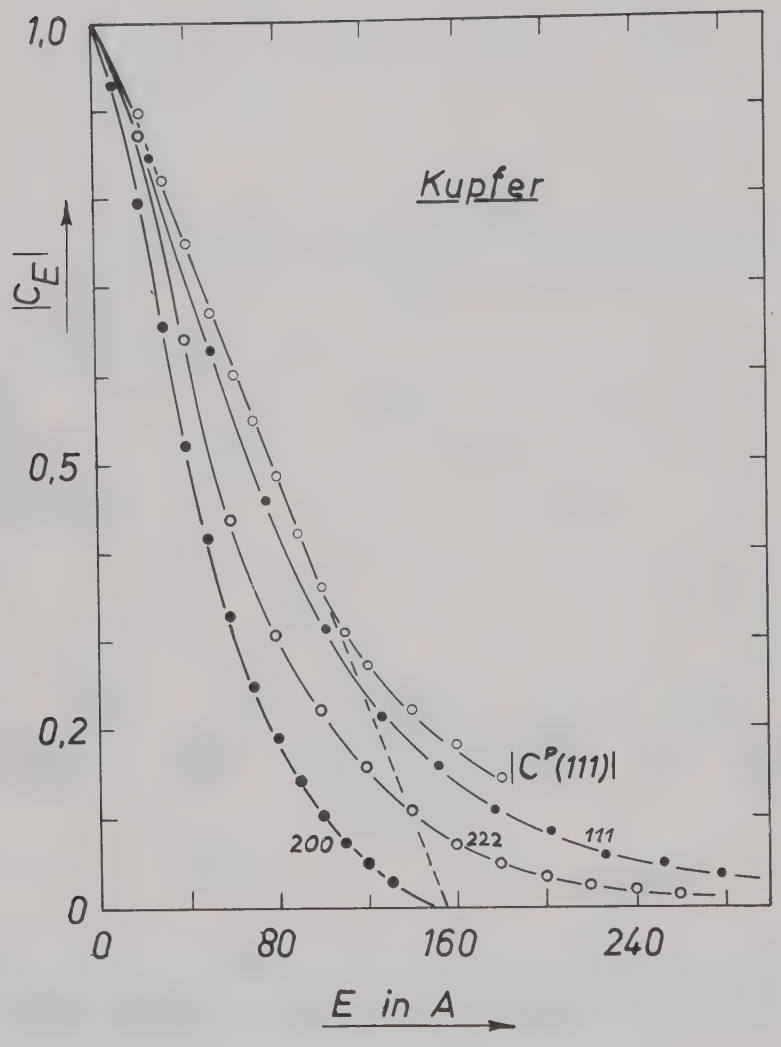

Abb. 11

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ von Interferenzlinien von Kupferfeilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei -140°C angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

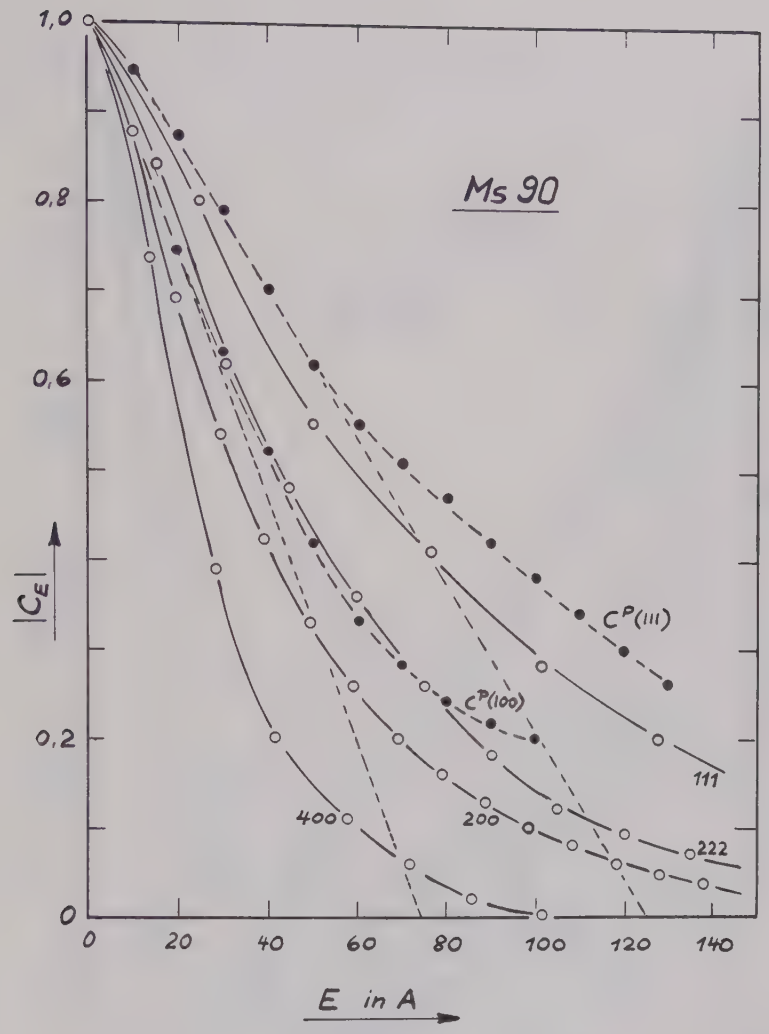

Abb. 12

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ für Ms 90 Feilspäne, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei Raumtemperatur vermessen wurden.

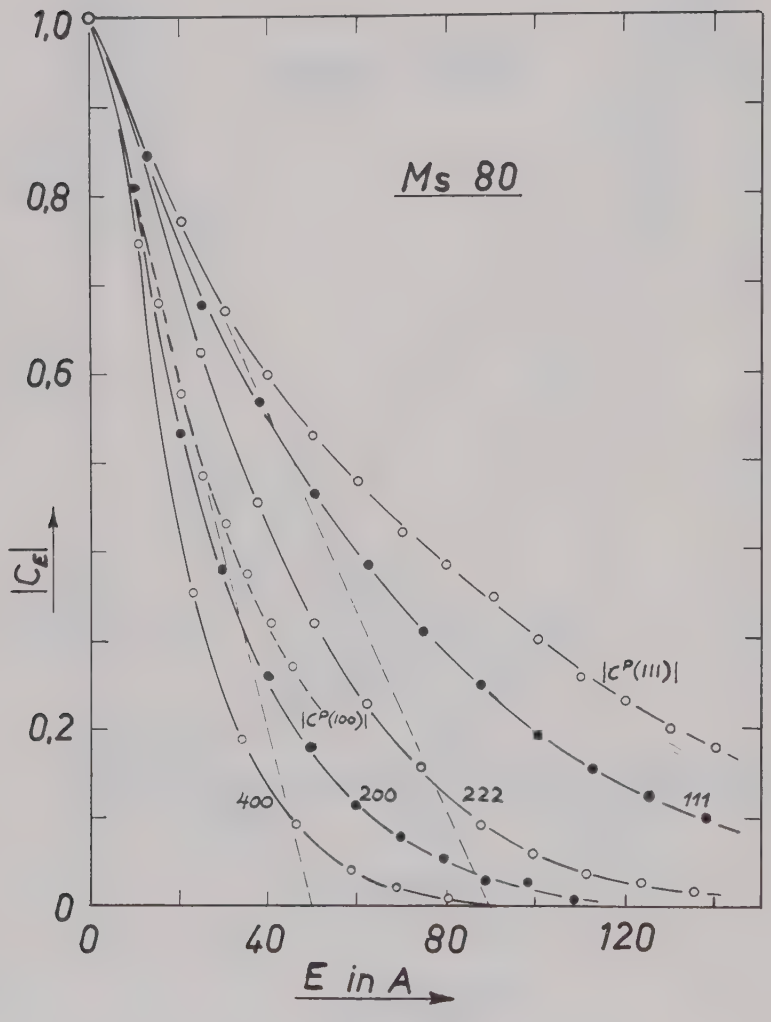

Abb. 13

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ von Ms 80 - Feilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei Raumtemperatur vermessen wurden.

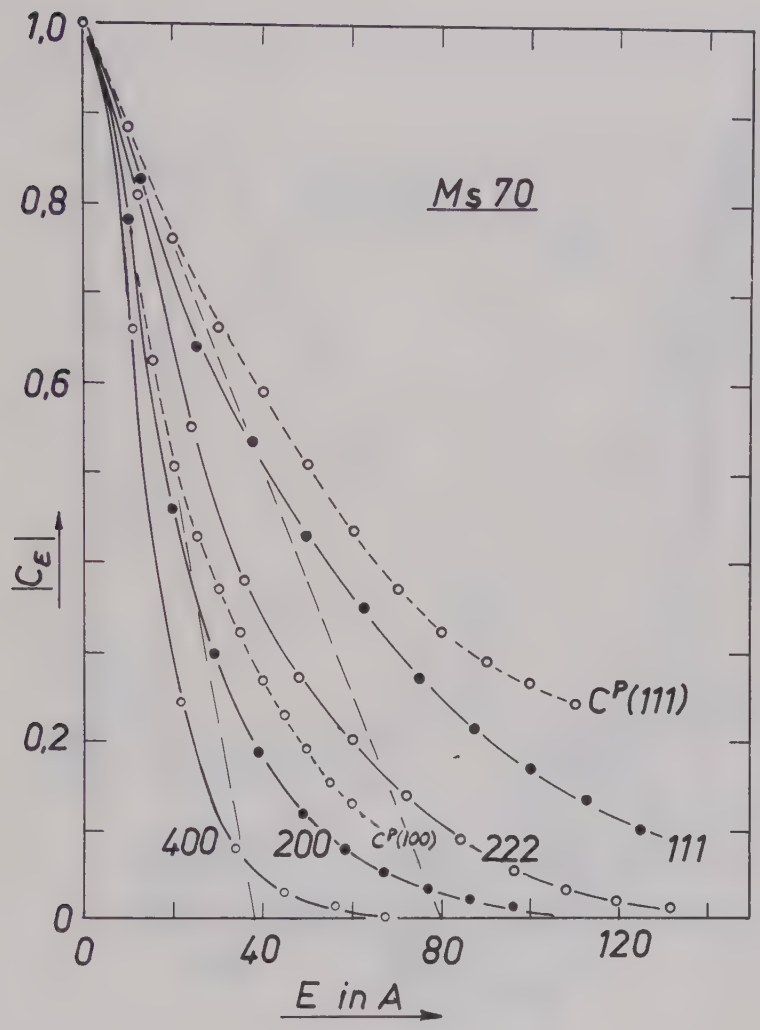

Abb. 14

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ von Debye-Scherrer Linien von Ms 70 - Feilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei Raumtemperatur vermessen wurden.

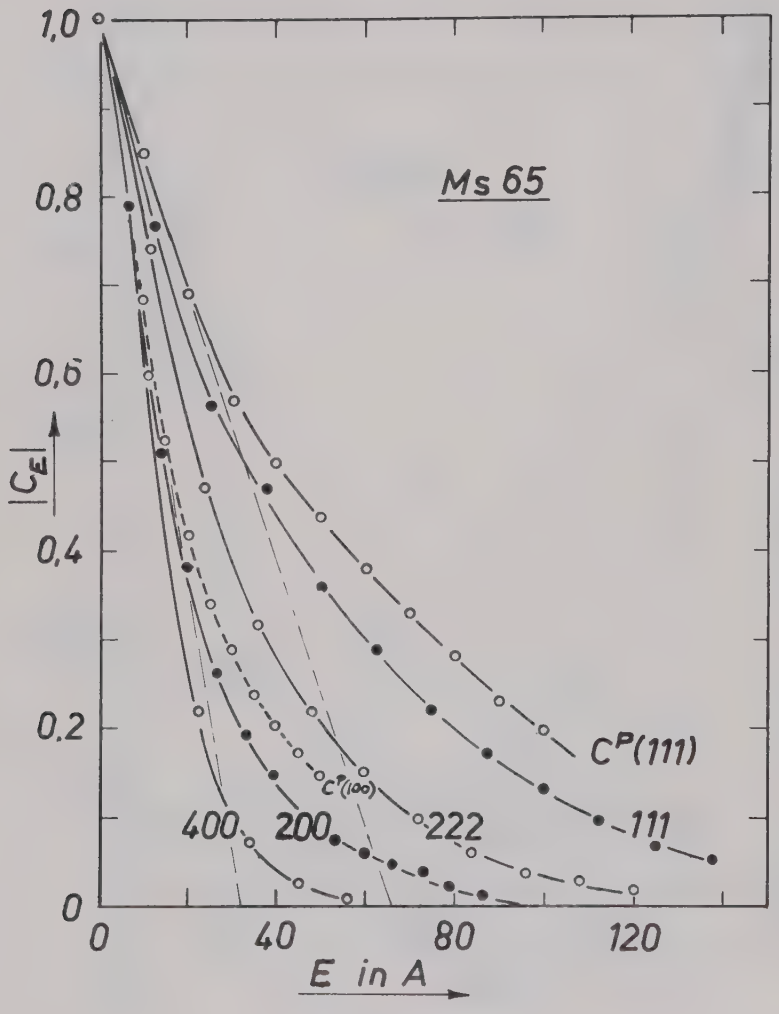

Abb. 15

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ von Debye-Scherrer Linien von Ms 65 - Feilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei Raumtemperatur vermessen wurden.

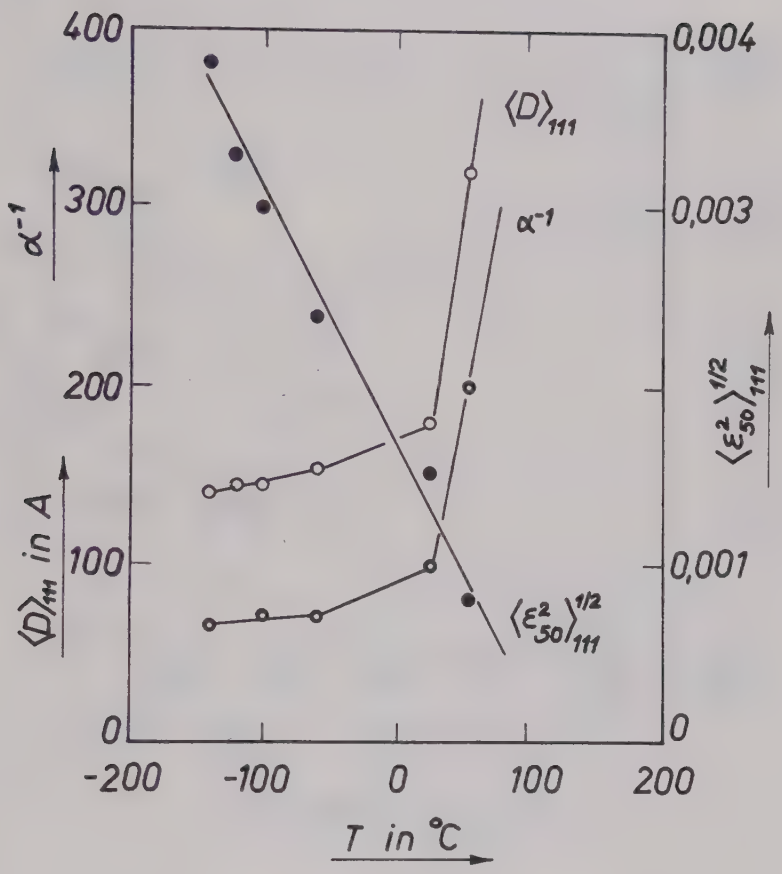

Abb. 16

Werte für $\langle \varepsilon^2_{50} \rangle^{1/2}_{111}$ für E = 50 A, α^{-1} und $\langle D_{111} \rangle$ von Kupferfeilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, 5 Minuten bei den angegebenen Temperaturen angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

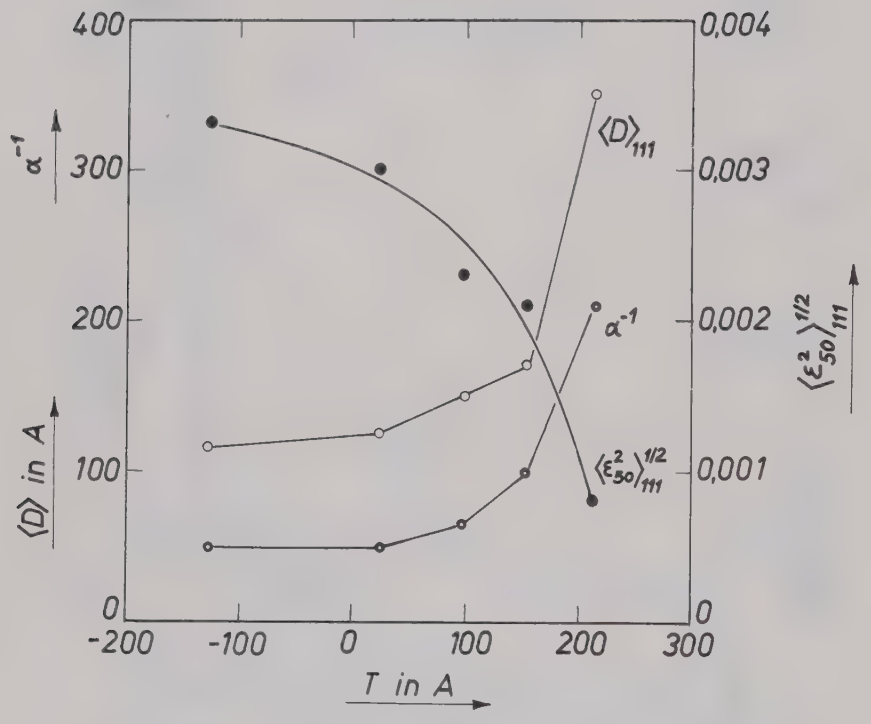

Abb. 17

Werte für $\langle \varepsilon_E^2 \rangle_{111}^{1/2}$ für E = 50 A, α^{-1} und $\langle D_{111} \rangle$ von Ms 90 Feilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, etwa 30 Minuten bei den angegebenen Temperaturen angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

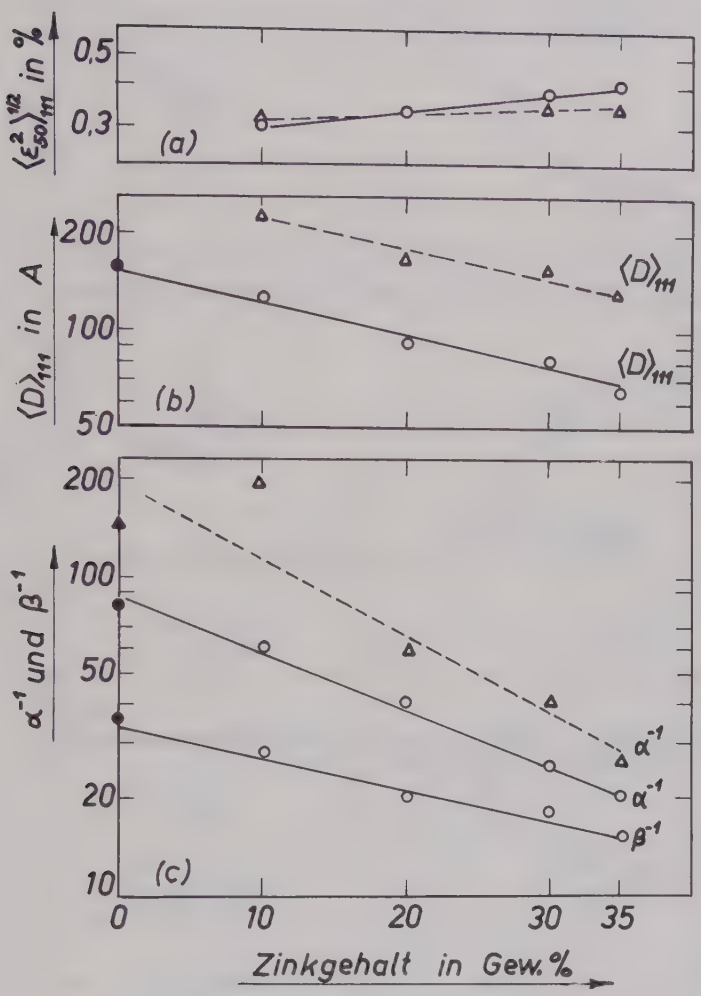

Abb. 18

Werte für (a) $\langle \varepsilon^2_E \rangle^{1/2}$ für E = 50 A, (b) $\langle D_{111} \rangle$ und (c) α^{-1} und β^{-1} von Kupfer- und α-Messingfeilspänen in Abhängigkeit des Zinkgehaltes.

- ● Werte für O.F.H.C. Kupferfeilspäne, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei -100°C 5 Minuten angelassen und bei -160°C vermessen wurden.
- o Werte für α-Messingfeilspäne, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt und bei Raumtemperatur vermessen wurden.
- △ Werte für α-Messingfeilspäne, die bei Raumtemperatur hergestellt und vermessen wurden (nach WARREN und WAREKOIS).
- ▲ 1/α für O.F.H.C. Kupferfeilspäne, die bei Raumtemperatur hergestellt und vermessen wurden (nach GREENOUGH und SMITH).

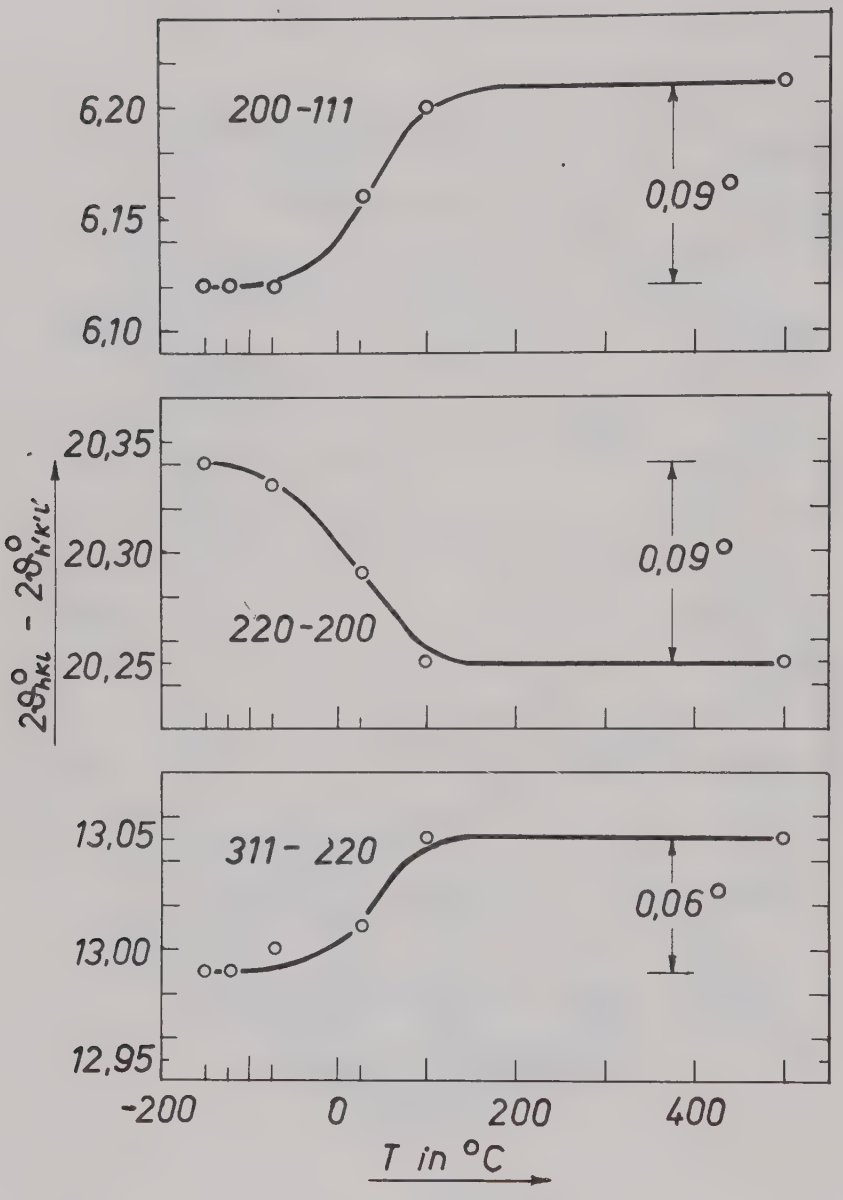

Abb. 19

Die $2\vartheta^\circ$ Abstände zwischen den (111) - (200), (200) - (220) und (220) - (311) Reflexionen von Silber in Abhängigkeit von der Anlasstemperatur. Die Werte entsprechen Feilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei den angegebenen Temperaturen 5 Minuten angelassen und bei -160°C mit Cu-Strahlung vermessen wurden.

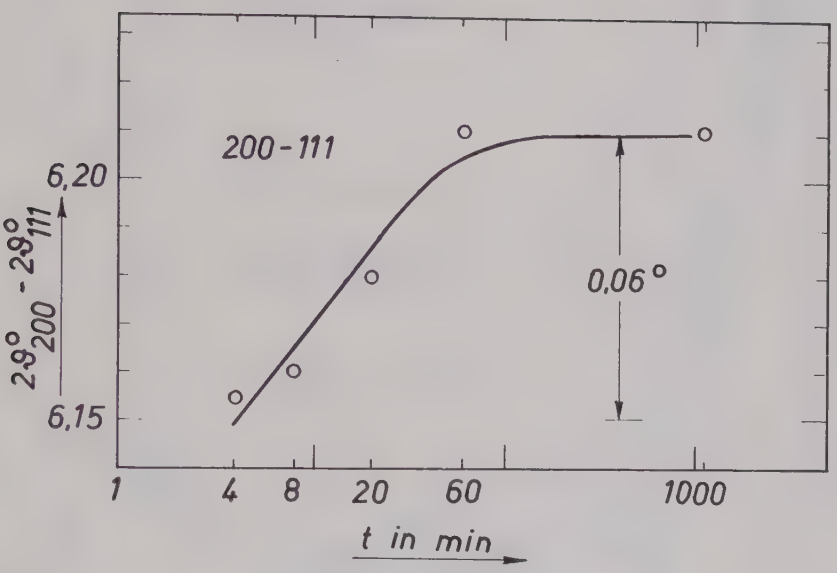

Abb. 20

Die $2\vartheta^\circ$ Abstände zwischen den (111) und den (200) Reflexionen von Silberfeilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei Raumtemperatur für die angegebenen Zeiten angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

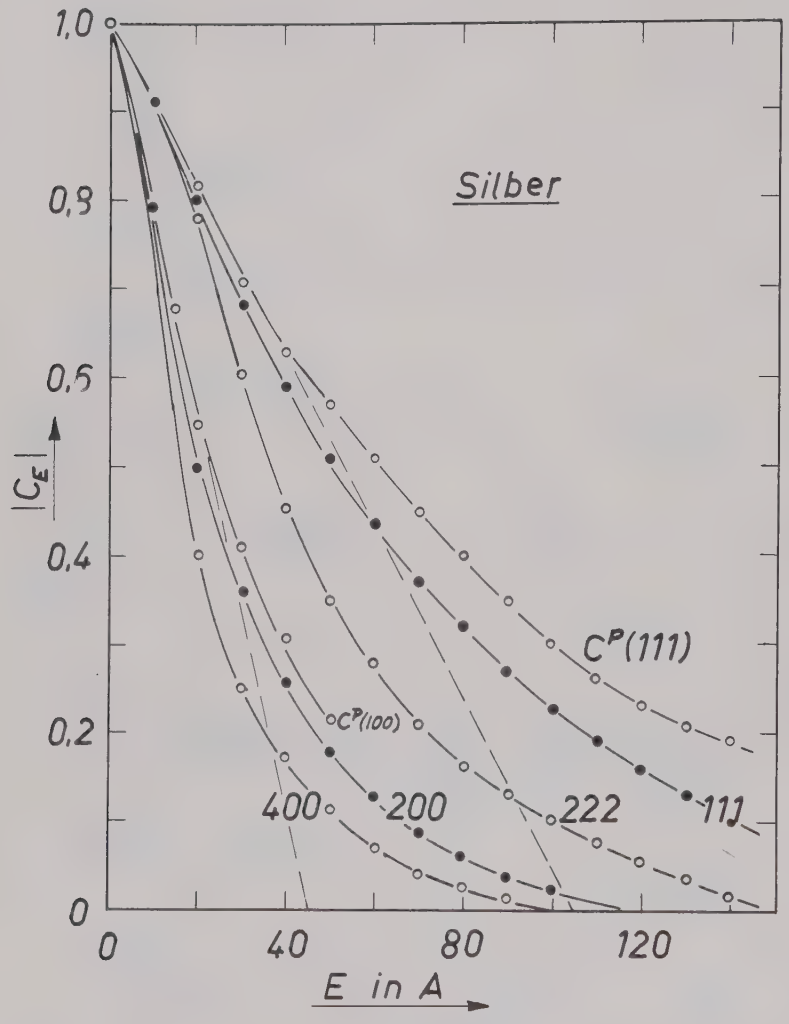

Abb. 21

Die korrigierten Fourier Koeffizienten $|C_E|$ der Debye-Scherrer Linien von Silberfeilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei -140°C 5 Minuten angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

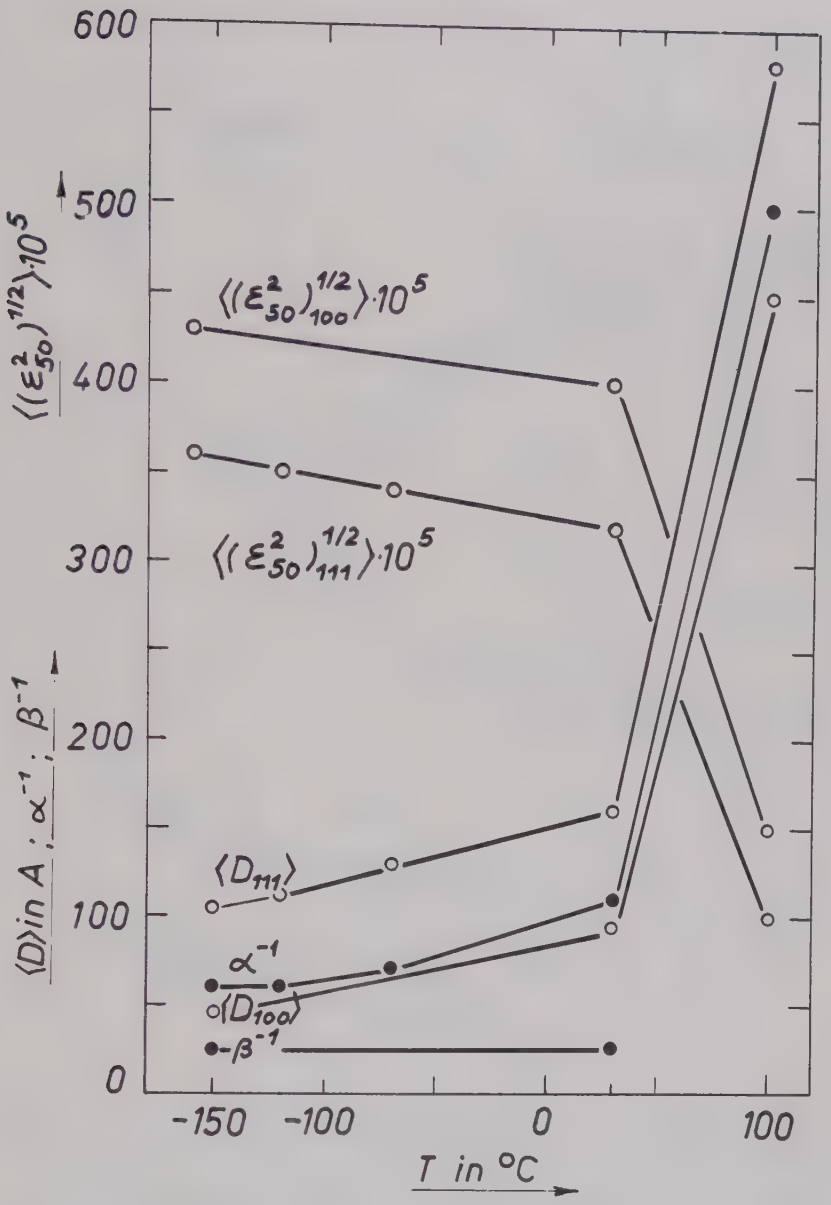

Abb. 22

Werte für $\langle \varepsilon_E^2 \rangle^{1/2}$ für E = 50 A, $\langle D \rangle$, α^{-1} und β^{-1} für Silberfeilspäne, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei den angegebenen Temperaturen 5 Minuten angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

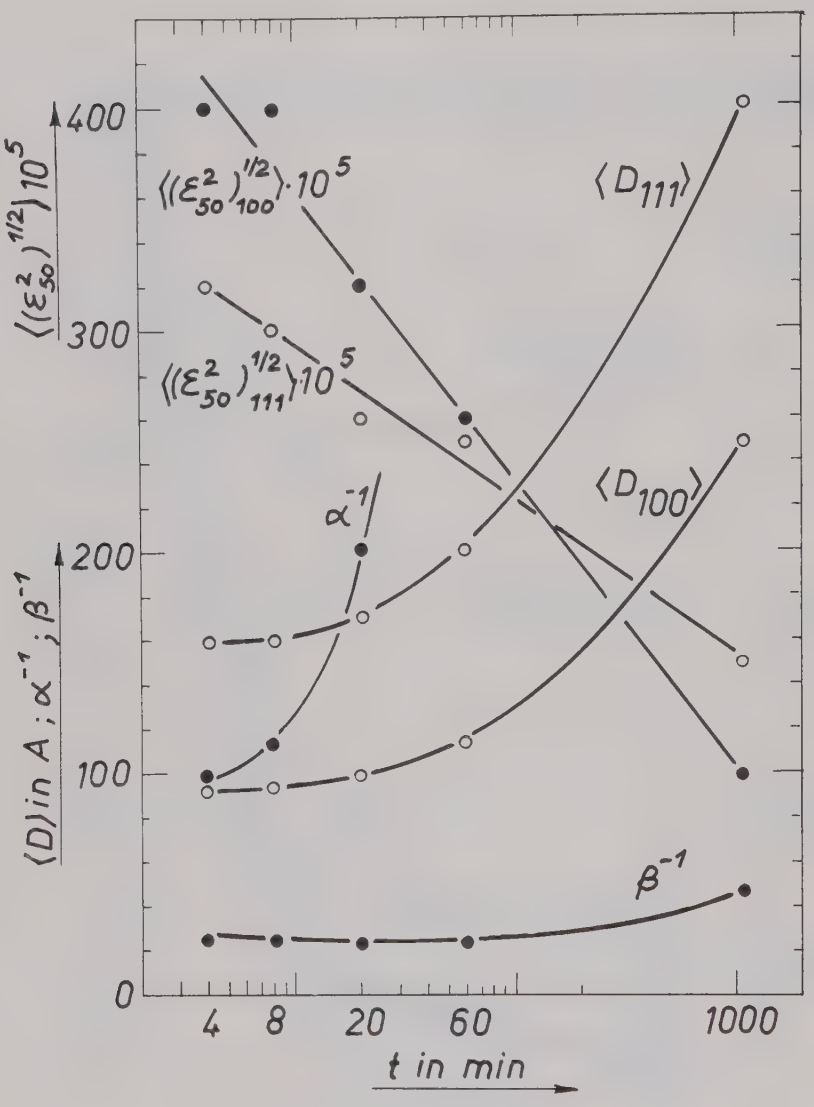

Abb. 23

Werte für $\langle \varepsilon^2_E \rangle^{1/2}$ für E = 50 A, $\langle D \rangle$, α^{-1} und β^{-1} von Silberfeilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei Raumtemperatur für die angegebenen Zeiten angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

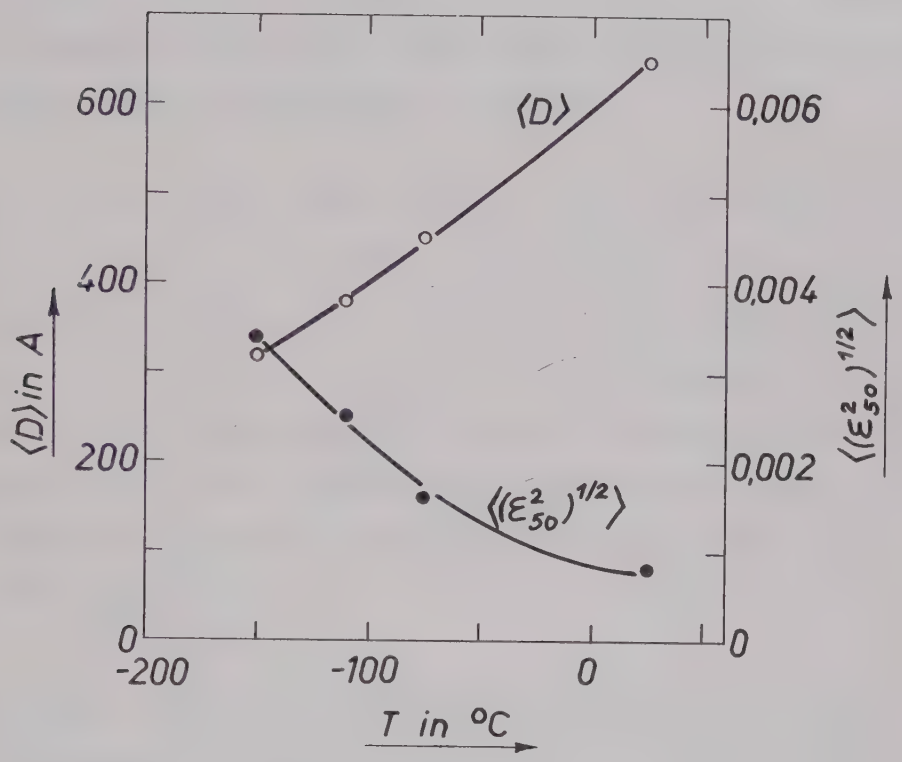

Abb. 24

Werte für $\langle \varepsilon_E^2 \rangle^{1/2}$ für E = 50 Å, und für $\langle D \rangle$ von Aluminiumfeilspänen, die unter flüssigem Stickstoff hergestellt, bei den angegebenen Temperaturen 5 Minuten angelassen und bei -160°C vermessen wurden.

Lebenslauf

Am 6. März 1927 wurde ich als Sohn des Bergmannes Christian Wagner und dessen Ehefrau Regina, geb. Bungert, in Dudweiler (Saar) geboren. Nach dem Besuch der Volksschule in Dudweiler und des Realgymnasiums in Sulzbach (Saar) habe ich die zentrale Reifeprüfung 1947 in Saarbrücken bestanden.

Vom März 1948 bis Juli 1949 studierte ich an der Universität Poitiers (Frankreich) Mathematik. Im November 1949 begann ich mein Studium der Mathematik und Physik an der Universität des Saarlandes. Die "Licence ès Sciences Mathématiques" erwarb ich im Juni 1951. Im November 1951 begann ich das Studium der Werkstofftechnik an der Universität des Saarlandes. Der Grad eines "Diplom-Ingenieurs der Werkstofftechnik" wurde mir im Januar 1954 zuerkannt.

Seit November 1953 bin ich als wissenschaftlicher Assistent in der Röntgenabteilung des Instituts für Metallforschung in Saarbrücken beschäftigt.

Auf Grund meiner Teilnahme am "Foreign Scientists Research Project" der "International Cooperation Administration" und der "National Academy of Sciences" in Washington, USA verbrachte ich die Zeit von Januar 1955 bis Dezember 1956 am Massachusetts Institute of Technology in Cambridge, Mass., USA. Ich war als Assistent in der Röntgenabteilung des dortigen physikalischen Instituts unter der Leitung von Professor Dr. B.E. Warren tätig.

Am 5. April 1952 heiratete ich Fräulein Rosemarie Mayer. Am 20. Oktober 1953 wurde unser Sohn Thomas geboren.